



**INSTITUTO SUPERIOR DE CIÊNCIAS DA SAÚDE  
EGAS MONIZ**

**MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA**

**AVALIAÇÃO *IN VITRO* DA RESISTÊNCIA ADESIVA À  
MICROTRACÇÃO E CARACTERIZAÇÃO MORFOLÓGICA COM  
*SEM* DE UM NOVO SISTEMA ADESIVO**

Trabalho submetido por  
**Catarina Alexandra Mendes Rocha**  
para a obtenção do grau de Mestre em Medicina Dentária

**Setembro de 2013**





# **INSTITUTO SUPERIOR DE CIÊNCIAS DA SAÚDE EGAS MONIZ**

## **MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA**

### **AVALIAÇÃO *IN VITRO* DA RESISTÊNCIA ADESIVA À MICROTRACÇÃO E CARACTERIZAÇÃO MORFOLÓGICA COM *SEM* DE UM NOVO SISTEMA ADESIVO**

Trabalho submetido por  
**Catarina Alexandra Mendes Rocha**  
para a obtenção do grau de Mestre em Medicina Dentária

Trabalho orientado por  
**Prof. Doutor Mário Polido**

Setembro de 2013



Este trabalho foi suportado pelo projecto: PTDC/SAU-BMA/122444/2010 "A molecular view of dental restoration" Fundação para a Ciência e a Tecnologia - MEC



## DEDICATÓRIA

*Aos meus Pais, de quem eu tive sempre a maior dedicação.*

*São o meu orgulho. É a eles que devo o melhor de mim.*

*À minha Irmã, porque é nela que encontro a amizade mais verdadeira.*

*Ao meu Avô Rocha, porque é a minha estrela polar.*





## AGRADECIMENTOS

Com o presente trabalho encerro esta etapa da minha vida que para mim é tão importante.

Durante os cinco anos de curso tive o privilégio de ter estado com pessoas muito especiais. Posso afirmar que estive no sítio certo e a aprender com os melhores. Foram cinco anos que me fizeram crescer a nível académico e pessoal.

Em primeiro lugar quero agradecer ao Prof. Doutor Mário Polido pelo apoio que me deu para a construção deste trabalho, pela sua constante disponibilidade e pela gentileza com que sempre me recebeu e motivou.

Quero igualmente agradecer à Prof. Doutora Alexandra Pinto pela sua simpatia permanente e por poder contar sempre com a sua ajuda e incentivo.

Ao Prof. Doutor José Brito pela ajuda que deu na elaboração dos resultados estatísticos.

Ao Prof. Doutor José João Mendes e a toda a Direcção Clínica pela importância que têm na componente teórico-prática da Clínica Universitária Egas Moniz.

A todos os outros Professores, o meu agradecimento por também enriquecerem a minha formação académica.

Ao Filipe Canadinhas, pela amizade, pela companhia e pelas palavras certas em todos os momentos.

Ao João Ferreira, pelo apoio incondicional, pela cumplicidade, pela partilha e pela confiança que sempre pude ter nele ao longo deste percurso.

Muito Obrigada!



## RESUMO

A restauração a resina composta de cavidades dentárias é um procedimento que está diariamente presente na Medicina Dentária. Assim, o sucesso a longo prazo da restauração é muito importante sendo o papel do sistema adesivo essencial.

Objectivo: Avaliar *in vitro* a resistência adesiva à microtracção de sistemas adesivos *etch-and-rinse* e *self-etch* submetidos a diferentes métodos de envelhecimento (24 horas, seis meses e termociclagem).

Materiais e Métodos: 27 dentes molares humanos hígidos extraídos por razões ortodônticas ou periodontais foram aleatoriamente divididos em 3 grupos segundo o adesivo utilizado: (1) Scotchbond™ Universal (3M ESPE) com condicionamento ácido prévio; (2) Scotchbond™ Universal (3M ESPE) sem condicionamento ácido prévio; (3) Scotchbond™ Multi-Purpose (3M ESPE).

Seguidamente, executaram-se as restaurações com Filtek Z250 (cor A2, 3M ESPE, St Paul, MN, USA).

Dentro de cada um dos três grupos, dividiram-se os dentes em sub-grupos segundo o tipo de teste aplicado: (a) 24 horas; (b) termociclagem (10000 ciclos em banhos de 30 segundos a 5° e 55° C); (c) 6 meses de armazenamento em saliva artificial numa estufa a 37°C.

As amostras foram seccionadas nas direcções X e Y de forma a obter palitos com secção transversal de  $1 \pm 0,3 \text{ mm}^2$ . Os palitos obtidos foram colados a um *jig* e submetidos a força de tracção até ocorrer fractura, a uma velocidade de 0,5mm/min. Para a análise estatística foram utilizados os testes ANOVA two-way com  $p \leq 0,05$  (SPSS20.0, SPSS Inc.).

Resultados: Não existem diferenças significativas entre a resistência adesiva à microtracção dos diferentes sistemas adesivos submetidos aos diferentes envelhecimentos. Apenas o armazenamento em saliva artificial por 6 meses induziu diminuição significativa das forças de adesão.

Conclusões: Os valores de microtracção entre os três sistemas adesivos testados não foram significativamente diferentes. Apenas o armazenamento por seis meses induziu diminuição significativa das forças de adesão.

Palavras-chave: Resistência adesiva na dentina; Microtracção; *Self-Etch*; *Etch-and-Rinse*.



## ABSTRACT

Resin composite restoration of dental cavities is a common procedure in dentistry's practice. Therefore, it is important the long-term success of the restoration and the role of the adhesive system is crucial.

Objective: *In vitro* evaluation of microtensile bond strength of *etch-and-rinse* and *self-etching* adhesive systems submitted to different aging types (24hours, six months and thermocycling).

Materials and Methods: 27 intact human molars, extracted for orthodontic or periodontal reasons were randomly divided into 3 groups according to the adhesive applied: (1) Scotchbond™ Universal (3M ESPE) with previous acid conditioning; (2) Scotchbond™ Universal (3M ESPE) without previous acid conditioning; (3) Scotchbond™ Multi-Purpose (3M ESPE).

After adhesives application the teeth were restored with Filtek Z250 (color A2, 3M ESPE, St Paul, MN, USA).

Each group was divided in sub-groups according to the type of aging: (a) 24h; (b) thermo-cycling (10000 cycles in baths of 30 seconds at 5° and 55°C); (c) 6 months of storage in artificial saliva at 37°C.

The samples were sectioned at X and Y directions to obtain slices with  $1\pm0,3\text{ mm}^2$  cross-section. The slices obtained were glued to a jig and submitted to tensile force at a 0,5mm/min cross head speed until fracture occurred.

Bond strength values were analyzed with ANOVA two-way with  $p\leq0,05$  (SPSS20.0, SPSS Inc.).

Results: There are no significant differences between bond strength values of the different adhesives systems with different aging methods. Only the six months storage induced a significantly decrease of the bond strength values.

Conclusions: There are no significant differences between the bond strength values of the three adhesives systems tested with different aging methods. Only the six months storage induced a significantly decrease of the bond strength values.

Key Words: Dentin bond strength; Microtensile; *Self-Etch*; *Etch-and-Rinse*.



## ÍNDICE GERAL

<b>INTRODUÇÃO .....</b>	<b>21</b>
Adesão .....	21
Esmalte .....	22
Dentina .....	23
Adesão ao Esmalte e à Dentina .....	23
Factores que Comprometem a Longevidade da Adesão à Dentina .....	26
Classificação dos Sistemas Adesivos .....	29
Sistemas adesivos <i>etch-and-rinse</i> .....	29
Sistemas adesivos <i>self-etch</i> .....	33
Teste de Resistência Adesiva .....	37
Teste de Microtracção .....	37
Envelhecimento de Amostras .....	38
Envelhecimento por Armazenamento .....	38
Envelhecimento por Termociclagem .....	38
Objectivo .....	39
Hipóteses de Estudo .....	39
<b>MATERIAIS E MÉTODOS .....</b>	<b>41</b>
<b>RESULTADOS .....</b>	<b>55</b>
<b>DISCUSSÃO .....</b>	<b>61</b>
<b>CONCLUSÕES .....</b>	<b>66</b>
<b>BIBLIOGRAFIA .....</b>	<b>67</b>
<b>ANEXOS .....</b>	<b>75</b>

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 - Composição do Esmalte em percentagem do volume .....	22
Figura 2 - Composição da Dentina em percentagem do volume .....	23
Figura 3 - Imagem obtida com SEM de <i>smear layer</i> e <i>smear plug</i> dentinário (Fonte: Perdigão, 2007) .....	25
Figura 4 - Imagem obtida com SEM de um <i>smear plug</i> (SP) a bloquear a entrada de um túbulo dentinário (Fonte: Perdigão et al., 2002) .....	25
Figura 5 - Classificação dos sistemas adesivos de acordo com a estratégia de adesão e o número de passos de aplicação clínica (Fonte: Van Meerbeek et al., 2003) .....	29
Figura 6 - Processo de adesão à dentina utilizando um sistema adesivo <i>etch-and-rinse</i> (Fonte: Perdigão et al., 2002) .....	30
Figura 7 - Classificação dos sistemas adesivos <i>etch-and-rinse</i> de acordo com Van Meerbeek (Fonte: Van Meerbeek et al., 2003) .....	32
Figura 8 - Processo de adesão à dentina utilizando um sistema adesivo <i>self-etch</i> (Fonte: Perdigão et al., 2002) .....	33
Figura 9 - Classificação dos sistemas adesivos <i>self-etch</i> de acordo com Van Meerbeek (Fonte: Van Meerbeek et al., 2003) .....	34
Figura 10 - Preparação das amostras para o Teste de Microtracção (Fonte: Perdigão et al., 2002) .....	37
Figura 11 - Apresentação dos sistemas adesivos Scotchbond™ Universal (3M ESPE, St. Paul, MN, USA) e Scotchbond™ Multi-Purpose (3M ESPE, St. Paul, MN, USA) .....	42



Figura 12 - Montagem de um dente no dispositivo de fixação e corte com lâmina de diamante .....	45
Figura 13 - Micrótopo de tecidos duros (Accutom-50, Struers, Dinamarca) .....	45
Figura 14 - Polidora (LaboForce-1, Struers, Denmark) .....	46
Figura 15 - Dente a ser polido sob água corrente com lixa de SiC .....	46
Figura 16 - Fotopolimerizador Optilux 501 (Kerr, Middleton, USA) .....	46
Figura 17 - Resina Composta Filtek Z250 (3M ESPE, St Paul, MN, USA) .....	48
Figura 18 - Scotchbond Universal Etchant (3M ESPE, St. Paul, MN, USA) .....	49
Figura 19 - Sequência de passos para a restauração .....	50
Figura 20 - Lâmina diamantada a efectuar os cortes da amostra em palitos .....	51
Figura 21 - Termociclador (Refri 200 E, ARALAB, Parede, Portugal) .....	51
Figura 22 - Estufa de Incubação (Mettmert INE 400, Mettmert, Germany) .....	52
Figura 23 - (A) <i>Jig</i> de aço inoxidável com palito colado e pronto para ser testado; (B) Máquina de testes universal (Shimadzu AG-50kNI SD MS, Shimadzu Corporation, Kyoto, Japan) .....	53
Figura 24 - Imagem obtida por SEM da interface adesiva após fractura de um sistema adesivo <i>self-etch</i> . (a) quando submetido durante 4 anos a envelhecimento indirecto em água pode-se observar uma densa camada híbrida que consiste na resina envolvida por fibras de colagénio e matriz de resina; (b) quando sujeito por 4 anos a envelhecimento directo em água observam-se as fibras de colagénio expostas com perda dos conteúdos de resina. (Fonte: Abdalla & Feilzer, 2008) .....	62

## ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1 - Composição, Lote e Validade de cada material utilizado .....	43
Tabela 2 - Distribuição dos grupos deste estudo .....	44
Tabela 3 - Instruções de aplicação segundo o fabricante para o Scotchbond™ Universal Adhesive (3M ESPE, St. Paul, MN, USA) .....	47
Tabela 4 - Instruções de aplicação segundo o fabricante para o Adper™ Scotchbond™ Multi-Purpose Adhesive System (3M ESPE, St. Paul, MN, USA) ...	48
Tabela 5 - Instruções de aplicação segundo o fabricante para a resina composta Filtek Z250 (3M ESPE, St. Paul, MN, USA) .....	48
Tabela 6 - Instruções de aplicação segundo o fabricante para o Scotchbond Universal Etchant (3M ESPE, St. Paul, MN, USA) .....	49
Tabela 7 - Média em MPa e Desvio padrão das forças adesivas de microtracção e número das amostras do sistema adesivo SBM .....	55
Tabela 8 - Média em MPa e Desvio padrão das forças adesivas de microtracção e número das amostras do sistema adesivo SBU ER .....	56
Tabela 9 - Média em MPa e Desvio padrão das forças adesivas de microtracção e número das amostras do sistema adesivo SBU SE .....	57

## ÍNDICE DE GRÁFICOS

Gráfico 1 - Média em MPa e Desvio padrão das forças adesivas de microtracção do sistema adesivo SBM. Valores com letras diferentes representam diferenças estatísticas significativas .....	55
Gráfico 2 - Média em MPa e Desvio padrão das forças adesivas de microtracção do sistema adesivo SBU ER. Valores com letras diferentes representam diferenças estatísticas significativas .....	56
Gráfico 3 - Média em MPa e Desvio padrão das forças adesivas de microtracção do sistema adesivo SBU SE. Valores com letras diferentes representam diferenças estatísticas significativas .....	57
Gráfico 4 - Distribuição das fracturas pelos grupos em estudo .....	58

## ÍNDICE DE ABREVIATURAS

**10-MDP** - 10-metacriloiloxidecil dihidrogénio fosfato;

**HEMA** - 2-hidroxietil metacrilato;

**MMPs** - Metaloproteinases;

**MPa** - Megapascal;

**TEGDMA** - trietilenoglicol dimetacrilato;

**UDMA** - dimetacrilato de uretano.

## **INTRODUÇÃO**

Na prática clínica diária da medicina dentária, a restauração directa a resina composta de cavidades dentárias, sejam elas de origem cariosa, traumática, ou outra, é dos tratamentos mais comuns para o médico dentista. Assim, o sucesso destas a longo prazo é essencial tendo o sistema adesivo um papel imperativo neste aspecto.

Ao longo da história dos materiais dentários, tanto a técnica adesiva como o sistema adesivo em si, têm sofrido diversas alterações com o objectivo de procurar encontrar a técnica mais rápida aliada a um maior sucesso da interface adesiva. Contudo, ainda são muitas as questões que se colocam relativamente à adesão dentária.

## **ADESÃO**

Segundo a norma ISO/TS 11405:2003, a adesão é definida como o "estado em que duas superfícies são mantidas juntas por forças químicas ou mecânicas ou ambas com o auxílio de um adesivo".

Em dentisteria, o substrato/ aderente, geralmente dentina ou esmalte, é aquele a sobre o qual o adesivo é aplicado (Perdigão, 2007).

O adesivo é normalmente um fluído viscoso que junta dois substratos através da sua solidificação e da transferência de carga de uma superfície para outra (Perdigão et al., 2002).

No mecanismo de adesão, é importante a tensão de superfície sendo esta a medição da força coesiva presente na interface existente entre o aderente e o adesivo sendo quantificada em mN/m (Rawls et al., 2013).

A tensão de superfície do adesivo deve ser mais baixa que a energia de superfície do substrato (Perdigão et al., 2002).

Inicialmente, em dentisteria, considerava-se que a adesão da restauração à superfície dentária era devida a mecanismos mecânicos (formação de *tags* de resina dentro da superfície dentária), de absorção (ligação química com a hidroxiapatite e, principalmente, com o colagénio tipo I do dente), de difusão (através da precipitação de substâncias na superfície dentária a que os monómeros de resina se podem ligar química ou mecanicamente) ou a combinação dos três mecanismos acabados de referir (Perdigão et al., 2002). Contudo, actualmente, dá-se mais importância à camada híbrida que é formada pelo processo de hibridização (Van Meerbeek et al., 2003).

O mecanismo de adesão ao esmalte e à dentina é baseado num processo de troca em que os minerais dos tecidos dentários são removidos e substituídos pelos monómeros de resina que se infiltram nas porosidades (processo denominado hibridização), criadas pela remoção dos minerais, e que através da polimerização ficam micromecanicamente retidos nessas porosidades (Marshall et al., 1997; Van Meerbeek et al., 2003; Cardoso et al., 2011;).

## **Esmalte**

O esmalte é um tecido acelular, avascular e sem inervação, extremamente mineralizado, sendo 96% do seu conteúdo mineral e 4% material orgânico e água. O seu conteúdo inorgânico é composto por hidroxiapatite, constituída por fosfato de cálcio. A sua matriz orgânica é de natureza proteica com agregado de polissacáridos. (Ferraris & Muñoz, 2001; Nanci, 2008) (Fig. 1)

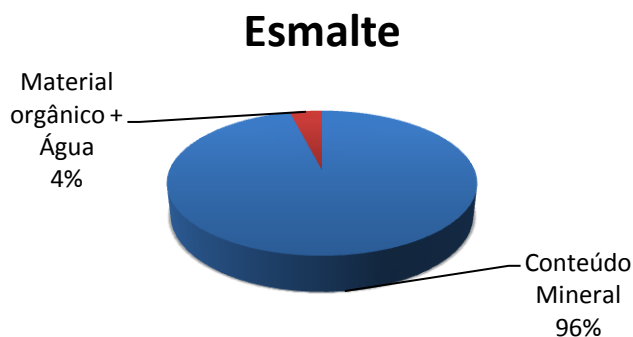


Figura 1 - Composição do Esmalte em percentagem do volume

O esmalte é praticamente homogêneo no que diz respeito à sua composição e estrutura, independentemente da sua localização ou profundidade (Summitt et al., 2006).

## Dentina

A dentina é um tecido heterogêneo uma vez que os seus constituintes estão distribuídos de forma variável pela dentina intertubular e peritubular, sendo considerada um tecido vivo e dinâmico (Summitt et al., 2006).

A dentina é composta por 45% do seu volume em material inorgânico, 33% de material orgânico e 22% de água. A sua matriz orgânica é formada em 90% por colagénio (principalmente do tipo I com pequenas quantidades do tipo III e V), sendo os restantes 10% proteínas e lípidos. É atravessada por uma rede de túbulos que a torna permeável. Estes túbulos são rodeados por uma matriz altamente calcificada denominada por dentina peritubular (40% mais mineralizada que a dentina intertubular) que não possui fibras de colagénio. A dentina que se situa entre os túbulos é chamada de dentina intertubular sendo constituída por uma malha de colagénio (sendo 90% colagénio tipo I). (Ferraris & Muñoz, 2001; Summitt et al., 2006; Nanci, 2008) (Fig. 2)

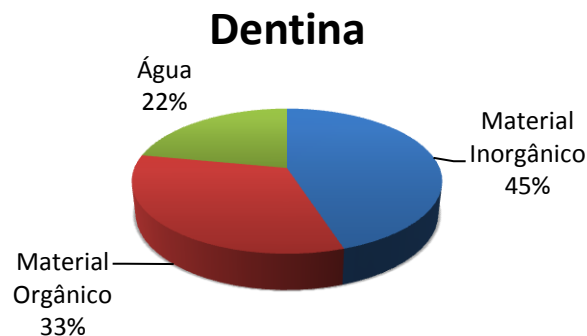


Figura 2 - Composição da Dentina em percentagem do volume

## Adesão ao Esmalte e à Dentina

É já conhecido que se consegue obter, através dos sistemas adesivos, uma melhor adesão ao esmalte do que à dentina, levando a que as restaurações aderidas ao esmalte sejam mais duradouras que as aderidas à dentina.

A união resina-dentina é menos duradoura que a resina-esmalte pois na dentina há mais componentes orgânicos (Liu et al., 2011).

No esmalte, o condicionamento ácido dissolve selectivamente os prismas de esmalte, dando origem a microporosidades que são imediatamente preenchidas, devido à atracção capilar, pelos agentes do sistema adesivo. Através da fotopolimerização, cria-se a ligação micromecânica entre os *tags* de resina e o esmalte condicionado. Este é o melhor tipo de adesão ao substrato dentário existente. (Cardoso et al., 2011)

A dentina é composta por mais matéria orgânica (principalmente colagénio tipo I) e água, sendo mais húmida, do que o esmalte. Este último possui mais matéria inorgânica (96% é hidroxiapatite). Assim, a adesão é mais difícil na dentina devido à maior humidade e quantidade de matéria orgânica que esta contém. (Perdigão, 2007)

Para além do referido, a dentina e a polpa estão ligadas através de túbulos, onde circulam fluidos, existentes desde a polpa e atravessando a dentina até à junção amelo-dentinária. Assim, estes fluidos tornam a superfície dentinária hidrofílica sendo esta hidrofiliçidade um dos grandes desafios para os sistemas adesivos. (Cardoso et al., 2011)

Na adesão à dentina, a matriz de colagénio da dentina desmineralizada é utilizada como base para a infiltração da resina, dando assim origem a uma camada híbrida que une o adesivo e a resina composta à camada de dentina mineralizada subjacente. Porém, a impregnação dos monómeros de resina nesta camada híbrida é incompleta devido principalmente ao movimento do fluido dentro dos túbulos dentinários aquando da infiltração da resina. (Liu et al., 2011)

Aquando da preparação da cavidade dentária, com broca ou outro instrumento, forma-se a *smear layer* que é uma camada de detritos que fica à superfície da dentina dificultando assim a sua permeabilidade. Contudo, a *smear layer* é uma camada porosa e permeável composta essencialmente por hidroxiapatite e colagénio alterado. A sua morfologia depende principalmente do instrumento que a criou e da localização da dentina que lhe deu origem. Para que os monómeros dos adesivos contactem com a dentina, esta camada deve ser dissolvida ou tornada permeável. (Perdigão, 2007) (Fig. 3)



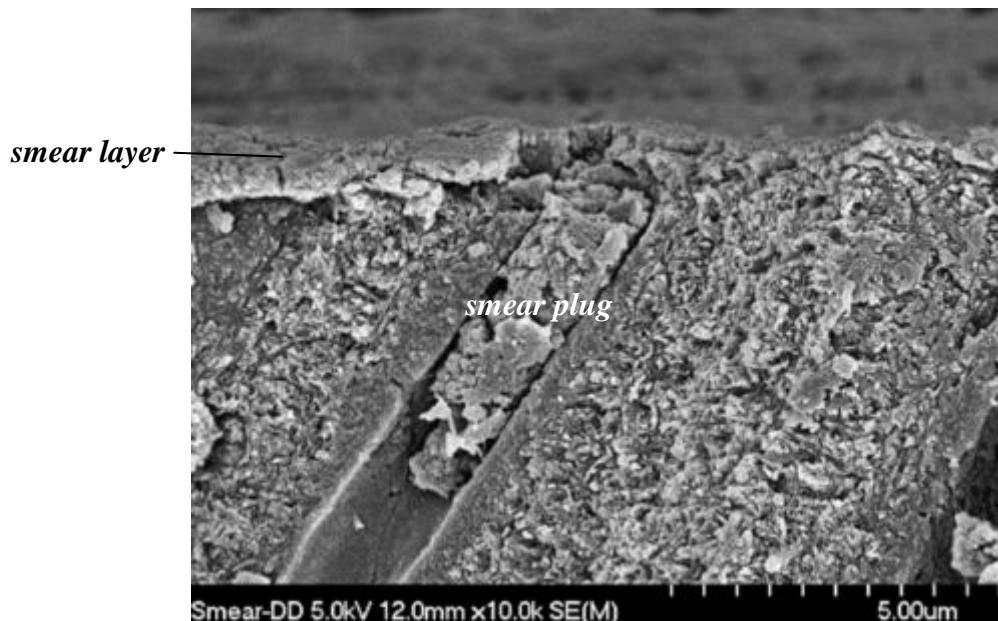


Figura 3 - Imagem obtida com SEM de *smear layer* e *smear plug* dentinário (Fonte: Perdigão, 2007)

Quando esta *smear layer* se infiltra nos túbulos dentinários dá origem aos *smear plugs* que diminuem a permeabilidade da dentina em 90% prejudicando assim a adesão (Perdigão et al., 2002) (Fig. 3 e 4)

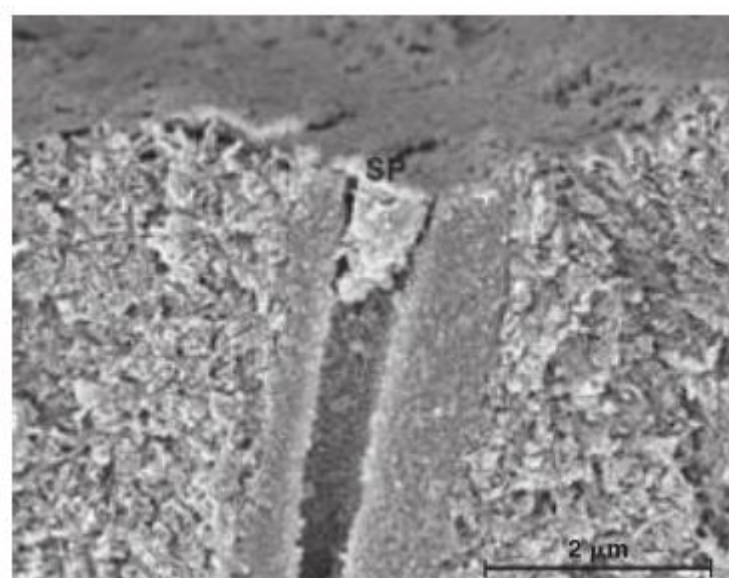


Figura 4 - Imagem obtida com SEM de um *smear plug* (SP) a bloquear a entrada de um túbulo dentinário (Fonte: Perdigão et al., 2002)

## **Factores que Comprometem a Longevidade da Adesão à Dentina**

Para Liu et al. (2011), os principais factores que comprometem a adesão à dentina são a degradação hidrolítica por sorção da água, a infiltração incompleta dos monómeros de resina e a degradação do colagénio por MMPs endógenas e catepsinas cisteicas.

A incorporação do HEMA nos adesivos foi feita com o objectivo de servir como solvente para os monómeros de resina não compatíveis com a água para, após a evaporação do solvente, diminuir a sua fase de separação e aumentar a sua capacidade de humedecimento na dentina condicionada e a sua afinidade para o colagénio desmineralizado (Liu et al., 2011).

O HEMA para além de contribuir para o processo de adesão, pois forma uma ligação com as fibras de colagénio expostas pelo condicionamento ácido, também promove a hibridização da resina às fibras de colagénio, pois é uma molécula de pequenas dimensões, infiltrando-se melhor entre as suas fibras, aumentando, assim a capacidade de adesão da resina ao colagénio, no entanto, a sua hidrólise diminui a qualidade da camada híbrida (Ma et al., 2009; Tjäderhane et al., 2013a).

A adição deste monómero hidrofílico vai aumentar a natureza hidrofílica da união entre o adesivo e a dentina trazendo desvantagens, pois esta hidrofilicidade vai tornar esta união mais susceptível à hidrólise. Para além disto, altas concentrações destes monómeros levam a que haja diminuição da evaporação do solvente, incluindo a água, e o seu aprisionamento prejudica as propriedades mecânicas do sistema adesivo e dificulta a polimerização. Assim sendo, a inclusão de monómeros de resina hidrofílicos está relacionada com a diminuição da longevidade da adesão à dentina, devido a levarem a um aumento da sorção da água, levando a que os polímeros adquiram propriedades mais plásticas diminuindo as propriedades mecânicas das resinas. Tendo em conta que a degradação hidrolítica apenas ocorre em presença de água, podemos considerar que as características hidrofílicas do adesivo, a sorção da água e a decorrente degradação hidrolítica estão muito relacionadas com o comprometimento da adesão à dentina. (Tay & Pashley, 2001; Proença et al., 2007; Liu et al., 2011)

Quando o sistema adesivo tem grandes concentrações de HEMA, este leva a que os componentes hidrofóbicos e os hidrofílicos se misturem (Cardoso et al., 2011).

Após a polimerização, o HEMA mantém as suas características hidrofílicas, devendo-se ter também em atenção o facto de os monómeros não polimerizados do HEMA serem potencialmente alergénicos (Silva E Souza et al., 2010); Cardoso et al., 2011).

Actualmente, a tendência é diminuir o uso de monómeros extremamente hidrofílicos como o HEMA e substituí-los por UDMA ou TEGDMA (Silva E Souza et al., 2010).

A infiltração incompleta dos monómeros de resina na adesão à dentina está presente nos adesivos *etch-and-rinse* e *self-etch* devido à sua incapacidade de substituir na totalidade a água das fibras de colagénio externas e internas. Para além disto, os cristais de hidroxiapatite perdidos não são totalmente substituídos pela resina nos espaços intrafibrilares comprometendo assim a longevidade da adesão à dentina (Liu et al., 2011).

As zonas onde a água não foi completamente removida resultam em regiões onde a polimerização é incompleta e/ou se forma um hidrogel devido ao HEMA presente no sistema adesivo (De Munck et al., 2005).

As MMPs estão presentes na dentina mineralizada e contribuem para a degradação da matriz de colagénio no caso de existir cárie ou doença periodontal. Também estão presentes na saliva e no fluido dentinário. A activação destas MMPs por componentes dos adesivos *etch-and-rinse* e *self-etch* leva a que, na dentina, a interface adesiva envelhecida seja deteriorada pois os componentes ácidos aumentam a actividade colagenolítica e gelatinolítica da matriz de colagénio totalmente ou parcialmente desmineralizada. Os monómeros de resina acidulados podem activar as MMPs através da inibição dos inibidores das metaloproteínases ou da activação de formas pro-MMPs (Liu et al., 2011).

As catepsinas císteicas participam na degradação do colagénio tipo I e são sintetizadas pelos odontoblastos estando presentes na dentina sã, porém são mais abundantes na dentina cariada. São semelhantes às MMPs uma vez que também são activadas em meio ácido. A activação das catepsinas pela acidificação pode resultar na activação de MMPs. Contudo, as catepsinas também podem ser activadas em meio de pH neutro através de glicosaminoglicanos. Participam, juntamente com as MMPs salivares, no processo de degradação do adesivo aderido à dentina. (Liu et al., 2011; Tjäderhane et al., 2013a)

As catepsinas císteicas podem ser inibidas através do uso de clorohexidina (Pashley et al., 2011; Tjäderhane et al., 2013b).

## CLASSIFICAÇÃO DOS SISTEMAS ADESIVOS

Actualmente é utilizada a classificação efectuada por Van Meerbeek que divide os sistemas adesivos de acordo com a estratégia, em *etch-and-rinse* e *self-etch*, e com o número de passos de aplicação clínica. Os sistemas adesivos *etch-and-rinse* podem ser divididos em três passos e em dois passos e os sistemas adesivos *self-etch* podem ser classificados em dois passos e apenas um passo. (Van Meerbeek et al., 2003) (Fig. 5)

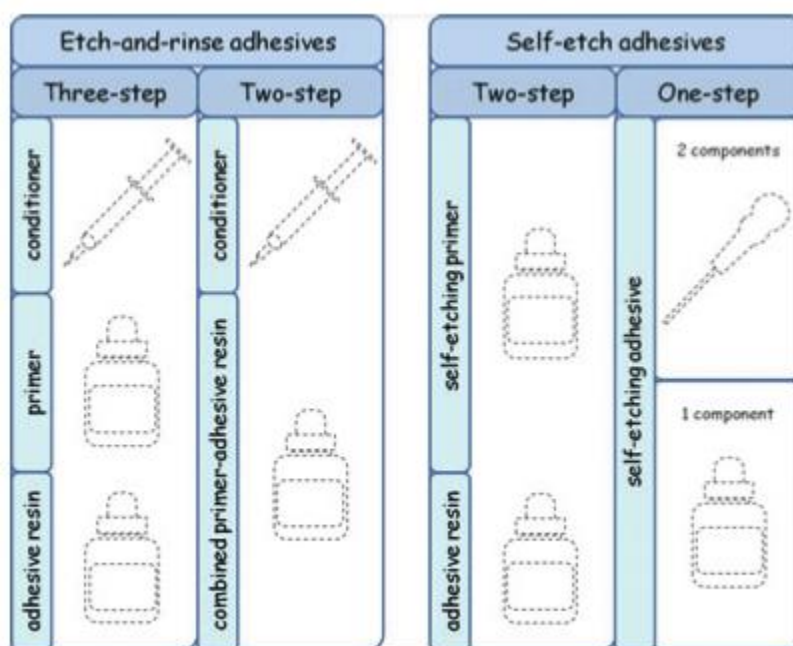


Figura 5 - Classificação dos sistemas adesivos de acordo com a estratégia de adesão e o número de passos de aplicação clínica (Fonte: Van Meerbeek et al., 2003)

## SISTEMAS ADESIVOS *ETCH-AND-RINSE*

A técnica adesiva *etch-and-rinse* é a mais convencional e a que até hoje resulta melhor (Summitt et al., 2006).

Os sistemas adesivos *etch-and-rinse* têm como característica o facto da sua primeira etapa ser o condicionamento ácido (seguido de uma lavagem com água). Este condicionamento remove a *smear layer* e os *smear plugs* e promove a desmineralização da dentina expondo a camada de fibras de colagénio subjacente. Na segunda etapa aplica-se o *primer* que é composto por monómeros de resina com propriedades

hidrofílicas (por exemplo o HEMA) dissolvidos em solventes orgânicos como a acetona, a água ou o álcool. O HEMA é responsável por humedecer e promover a re-expansão das fibras de colagénio. Os monómeros de resina infiltram-se para as zonas preenchidas por água, que antes do condicionamento estavam ocupadas por cristais de hidroxiapatite, que estão entre as fibras de colagénio da dentina adjacente. O solvente tem a função de substituir a água da dentina, preparando a rede de colagénio para a infiltração do adesivo de resina. Por último, na etapa do *bond*, faz-se a aplicação do adesivo de resina na superfície condicionada, havendo a penetração de monómeros hidrofóbicos no espaço interfibrilhar e nos túbulos de dentina. Estes monómeros são então polimerizados originando a camada híbrida (composta por colagénio, resina, cristais de hidroxiapatite residuais e uma quantidade mínima de água) e os *tags* de resina que conferem retenção micromecânica à restauração efectuada. (Perdigão, 2007; Cardoso et al., 2011) (Fig. 6)

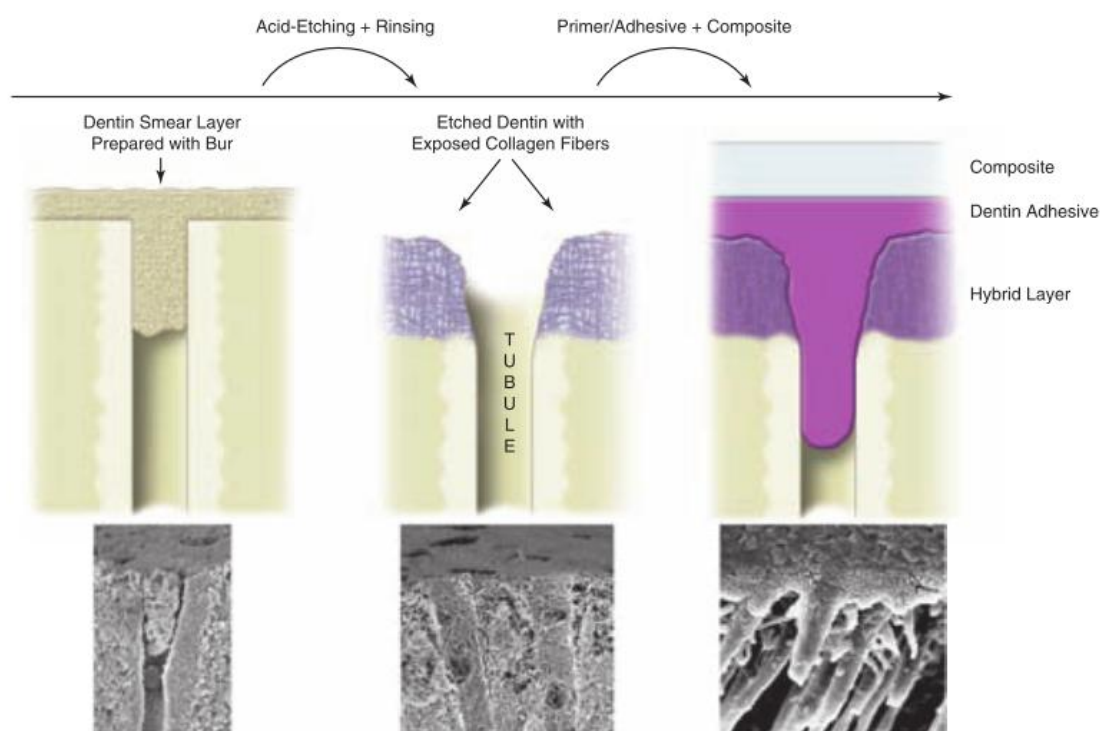


Figura 6 - Processo de adesão à dentina utilizando um sistema adesivo *etch-and-rinse* (Fonte: Perdigão et al., 2002)

A camada híbrida produzida pelos adesivos *etch-and-rinse* degrada-se entre os seis meses e três a cinco anos (Pashley et al., 2011).

Com o ataque ácido conseguimos condicionar o esmalte e a dentina e destruir as bactérias da dentina cariada. O seu objectivo é aumentar a permeabilidade da resina no esmalte e na dentina pois permite a infiltração dos monómeros em redor e no interior das fibras de colagénio para a restauração a resina composta ganhar retenção (Pashley et al., 2011).

O ataque ácido para além de alterar o conteúdo mineral da dentina também modifica a sua energia de superfície (Perdigão et al., 2002)

É importante que o ácido utilizado durante o condicionamento seja totalmente removido com um jacto de água para remover todos os produtos de reacção. A água da lavagem leva a que a dentina desmineralizada se expanda. (Pashley et al., 2011)

Em relação aos solventes orgânicos, estes são principalmente a água, o etanol ou a acetona. Porém, no caso do solvente ser a acetona ou o álcool, ainda se pode adicionar água com o objectivo de facilitar a evaporação do solvente. (Cardoso et al., 2011)

Ao nível dos solventes utilizados, o etanol parece reduzir a nanoinfiltração, prevenir a degradação da camada híbrida e aumentar a duração a longo prazo da adesão à dentina, melhorando as forças adesivas (Liu et al., 2011; Pashley et al., 2011).

Inicialmente introduziu-se a técnica de *dry bonding* onde a seguir ao ataque ácido se secava o esmalte ou dentina condicionada até apresentarem cor de giz branco. Contudo, esta técnica levava a reacções pulpares adversas, sensibilidade dentinária, microinfiltração e cáries secundárias. Apesar da força de adesão no esmalte ser alta, na dentina esta era muito baixa, sendo inferior à força de contracção produzida durante a polimerização, levando assim a que pelo menos uma das paredes onde tinha ocorrido adesão se desunisse, havendo então perda das restaurações.

Houve então a necessidade de evoluir a partir desta técnica aparecendo assim a técnica de *wet-bonding* onde se mantém húmida a superfície previamente condicionada. Esta técnica aumentou as forças de adesão à dentina, havendo bom selamento marginal das restaurações e menos sensibilidade pós-operatória. (Pashley et al., 2011)

Os sistemas adesivos tradicionais são compostos por três passos separados e só mais tarde apareceram os de apenas dois passos onde o *primer* e o *bond* estão juntos num só frasco. Contudo, esta evolução não trouxe melhorias em relação à adesão pois a capacidade de infiltração na dentina desmineralizada está reduzida. Para além disto, a

sua hidrofilicidade torna estes adesivos mais susceptíveis à degradação hidrolítica e o solvente neles utilizado é mais difícil de evaporar, permanecendo encurralado na interface adesiva após a polimerização. (Cardoso et al., 2011) (Fig. 7)

Quando comparados em estudos *in vitro* e clínicos, os adesivos *etch-and-rinse* de três passos têm melhores resultados que os de dois passos e a integridade da interface adesiva é melhor mantida, sendo mais duradouros. (Summitt et al., 2006; Pashley et al., 2011)

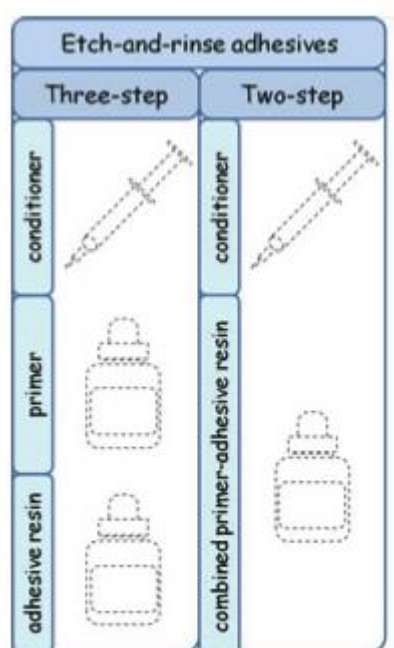


Figura 7 - Classificação dos sistemas adesivos *etch-and-rinse* de acordo com Van Meerbeek (Fonte: Van Meerbeek et al., 2003)



## SISTEMAS ADESIVOS *SELF-ETCH*

Os sistemas adesivos *self-etch* têm como objectivo reduzir o tempo de aplicação pois não necessitam de uma fase separada de condicionamento ácido. Contudo, apesar dos sistemas adesivos *self-etch* serem uma inovação, a técnica *etch-and-rinse* continua a ser considerada a *golden standard*. (Perdigão, 2007; Cardoso et al., 2011)

Estes adesivos combinam simultaneamente a etapa de condicionamento ácido com a da aplicação do *primer* através da infiltração e dissolução parcial da *smear layer* e dos cristais de hidroxiapatite dando origem a uma zona híbrida composta por *smear layer* e minerais (Perdigão, 2007; Muñoz et al., 2013). (Fig. 8)

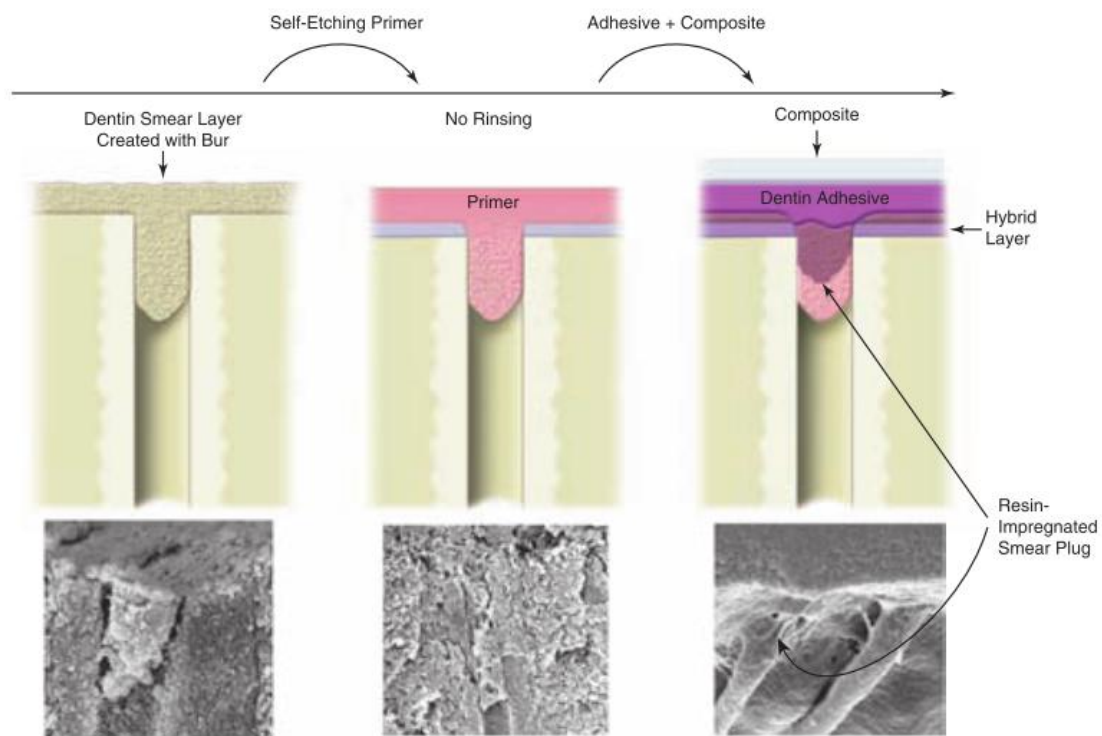


Figura 8 - Processo de adesão à dentina utilizando um sistema adesivo *self-etch* (Fonte: Perdigão et al., 2002)

Os primeiros sistemas adesivos são compostos por duas soluções separadas, um frasco que continha o *primer* ácido e o outro o *bond*. Mais tarde apareceram os sistemas adesivos *self-etch all in one* de apenas uma solução. Ambos são compostos por misturas aquosas de monómeros ácidos, geralmente ácido fosfórico ou ésteres de ácido

carboxílico, com pH superior ao dos géis de ácido fosfórico. A água tem um papel fundamental nestes sistemas adesivos pois contribui para a ionização dos monómeros acídicos. (Perdigão, 2007) (Fig. 9)

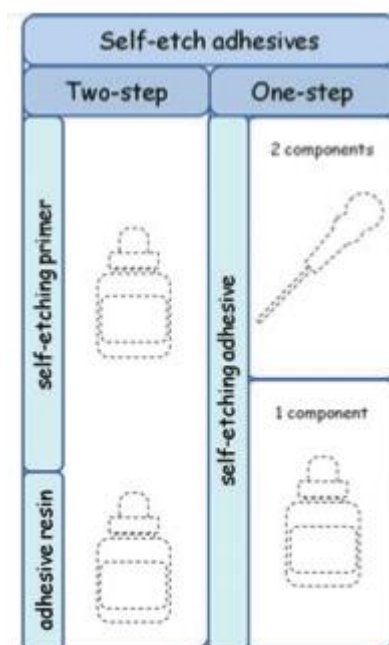


Figura 9 - Classificação dos sistemas adesivos *self-etch* de acordo com Van Meerbeek (Fonte: Van Meerbeek et al., 2003)

Estes sistemas adesivos diferem na sua agressividade podendo então ser classificados, de acordo com a sua acidez, em: suaves, moderados e agressivos (Perdigão, 2007). Os suaves têm  $\text{pH} \approx 2$ , os moderados têm pH entre 1 e 2 e os agressivos têm  $\text{pH} \leq 1$  (Van Meerbeek et al., 2011).

Os sistemas adesivos *self-etch* suaves desmineralizam a dentina parcialmente, deixando uma quantidade significativa de cristais de hidroxiapatite em redor das fibras de colagénio permitindo assim uma interacção química adicional que traz vantagens ao mecanismo e duração da adesão (Cardoso et al., 2011).

A capacidade de adesão dos sistemas adesivos *self-etch* suaves está comprometida pela espessa camada de *smear layer*. Em laboratório, estes sistemas adesivos falham essencialmente abaixo da camada híbrida após envelhecimento em água. Isto poder-se-á

dever à insuficiente infiltração da *smear layer*. A adesão ao esmalte por estes sistemas adesivos é insatisfatória devido ao seu menor potencial para adesão micro-mecânica e à sua menor reactividade química com a hidroxiapatite do esmalte (Van Meerbeek et al., 2011).

Os sistemas adesivos *self-etch* agressivos, com o aumento da concentração de monómeros acídicos para os tornar cada vez mais ácidos, têm vindo a sofrer transformações nas suas formulações tornando-se cada vez mais hidrofílicos, aumentando a sua susceptibilidade para a degradação hidrolítica (Tay & Pashley, 2001).

Apenas os adesivos *self-etch* agressivos formam os verdadeiros *tags* de resina na dentina (Van Meerbeek et al., 2011).

Actualmente considera-se que os sistemas adesivos *self-etch* suaves são preferíveis aos agressivos devido às suas diferenças na adesão à dentina (Van Meerbeek et al., 2011).

Em relação à adesão ao esmalte intacto obtida com os sistemas adesivos *self-etch*, há uma preocupação devido ao facto destes sistemas adesivos não serem tão agressivos, quando comparados aos da técnica *etch-and-rinse*, graças à dispensa de gel de ácido fosfórico, sendo assim a desmineralização do esmalte menor. A preparação cavitária do esmalte com broca torna o substrato mais receptivo aos sistemas adesivos *self-etch* (Perdigão, 2007).

As forças de adesão ao esmalte tornam-se fracas com o envelhecimento devido à natureza muito hidrofílica dos sistemas adesivos *self-etch* de um passo e à alta concentração de água neles presente necessária aos monómeros acídicos, permitindo assim a passagem de água através da interface adesiva o que pode levar a degradação hidrolítica da mesma (Knobloch et al., 2007; Perdigão, 2007).

Por vezes o fabricante destes adesivos recomenda a aplicação de uma segunda camada de adesivo, após secar gentilmente a primeira camada, para, deste modo, garantir a aplicação de adesivo em toda a superfície dentinária e melhorar a impregnação dos monómeros na camada híbrida (Perdigão, 2007).

Uma vantagem destes sistemas adesivos é a baixa incidência de sensibilidade pós-operatória devido à sua menor agressividade e à sua interacção mais superficial com a

dentina, deixando os túbulos dentinários obstruídos com a *smear layer* (Knobloch et al., 2007; Van Meerbeek et al., 2011).

O monómero funcional 10-MDP presente em alguns sistemas adesivos *self-etch* contribui para a interacção química através da formação de uma ligação iónica entre o seu grupo fosfato e o cálcio dos cristais de hidroxiapatite sendo este monómero o mais eficiente e o mais estável em meio aquoso, comparando com outros monómeros funcionais conhecidos. A preservação de hidroxiapatite na interface adesiva, para além de providenciar cálcio para a adesão química ao monómero funcional, também protege o colagénio de agressões químicas externas. (Van Meerbeek et al., 2011)

Alguns adesivos *self-etch* falham em laboratório em 50% ainda em fase pré-teste. Para além disto, a fractura da interface adesiva é mais comum quando as forças de adesão são baixas enquanto que, em forças adesivas altas está mais presente a fractura coesiva. (Perdigão, 2007)

## TESTE DE RESISTÊNCIA ADESIVA

### - Teste de Microtracção

Segundo a norma ISO/TS 11405:2003 no teste de microtracção, uma vez que são utilizadas amostras com área adesiva mais pequena que nos outros testes de tracção, haverá menos defeitos e consequentemente os valores de força adesiva obtidos são mais válidos.

No teste de microtracção utilizam-se amostras com superfícies adesivas de área seccional entre  $1-1,5\text{mm}^2$ , ou até menos. Este teste tornou-se popular nos últimos anos e trouxe vantagens, comparativamente aos testes de tracção convencionais: permite que um único dente forneça diversas amostras; permite testar substratos com importância clínica tais como dentina cariada, dentina esclerótica cervical e esmalte; ocorrem menos defeitos devido à pequena área das amostras; permite testar as diferentes forças adesivas presentes em regiões diferentes do mesmo dente. (Perdigão et al., 2002) (Fig. 10)



Figura 10 - Preparação das amostras para o Teste de Microtracção (Fonte: Perdigão et al., 2002)

## **ENVELHECIMENTO DE AMOSTRAS**

### **- Envelhecimento por Armazenamento**

É o método de envelhecimento mais comum pois a água é essencial para a deterioração das restaurações a resina, havendo infiltração ao longo do tempo acelerando a degradação da camada híbrida. Os adesivos *etch-and-rinse* estão sujeitos a dois tipos de degradação da interface adesiva com este modo de envelhecimento: através da hidrólise onde há desorganização dos componentes orgânicos da camada híbrida; e da degradação dos constituintes de resina presentes na camada híbrida levando à formação de microespaços por onde passam fluidos. (Amaral et al., 2007)

Em relação aos sistemas adesivos *self-etch*, o que acontece é que, devido à sorção da água ao longo do envelhecimento, se vão formando porosidades na camada híbrida.

O período de armazenamento em água pode ir de meses até anos. Contudo, através do corte das amostras em "palitos" consegue-se uma redução do tempo de envelhecimento necessário devido à maior exposição da interface adesiva à água. (Amaral et al., 2007)

Para De Munck et al. (2005), o envelhecimento de "palitos" em água é considerado uma forma de envelhecimento acelerado.

### **- Envelhecimento por Termociclagem**

A termociclagem é uma forma de envelhecimento muito comum, que simula as diferenças de temperatura que acontecem na cavidade oral. A termociclagem induz stress na interface adesiva através de contracções e expansões sucessivas produzidas pelo coeficiente de contracção/ expansão do compósito. Estas contracções e expansões levam a que se formem fendas na interface adesiva que deixam passar fluidos através da interface que aceleram o processo de hidrólise desta levando a alterações das forças de adesão. O número de ciclos, a temperatura dos banhos e o tempo a que as amostras estão expostas aos banhos podem variar, isto leva a que a comparação entre estudos se torne mais complicada. (Amaral et al., 2007)

## OBJECTIVO

Comparar *in vitro* a resistência adesiva à microtracção de sistemas adesivos *etch-and-rinse* e *self-etch* submetidos a diferentes tipos de envelhecimento (armazenamento às 24 horas e aos 6 meses em estufa de incubação e termociclagem).

### Hipóteses de Estudo

Hipótese Nula:

Não existem diferenças significativas entre a resistência adesiva à microtracção dos diferentes sistemas adesivos sujeitos a diferentes envelhecimentos.

Hipótese Alternativa:

Existem diferenças significativas entre a resistência adesiva à microtracção dos diferentes sistemas adesivos sujeitos a diferentes envelhecimentos.





## **MATERIAIS E MÉTODOS**

Vinte e sete dentes molares humanos hígidos extraídos por razões ortodônticas e/ ou periodontais foram seleccionados segundo os seguintes critérios (de acordo com a norma ISO 11405:2003):

- dentes de indivíduos com idades compreendidas entre os 16 e os 40 anos;
- livres de cáries;
- extraídos há não mais de seis meses.

Aquando da extracção dos dentes, estes foram lavados com água corrente para eliminar sangue e tecidos que estivessem aderidos sendo de seguida armazenados em água destilada a 4°C (ISO 3696).

Para a desinfecção dos dentes utilizou-se solução de cloramina-T trihidratada a 0,5% durante uma semana, no máximo (ISO 11405:2003).

A limpeza dos restos de tecidos orgânicos foi feita com curetas.

Após a desinfecção e limpeza, os dentes foram armazenados em água destilada a 4°C para posterior análise.

Efectuou-se então uma divisão aleatória dos dentes em 3 grupos principais segundo o adesivo utilizado:

### **1) SBU-ER**

Aplicação do adesivo Scotchbond™ Universal (3M ESPE, St. Paul, MN, USA) com condicionamento ácido prévio com ácido fosfórico a 34% (Scotchbond Universal Etchant, 3M ESPE, St. Paul, MN, USA).

### **2) SBU-SE**

Aplicação do adesivo Scotchbond™ Universal (3M ESPE, St. Paul, MN, USA) sem condicionamento ácido prévio.

### **3) SBM**

Aplicação do adesivo Scotchbond™ Multi-Purpose (3M ESPE, St. Paul, MN, USA) com condicionamento ácido prévio com ácido fosfórico a 34% (Scotchbond Universal Etchant, 3M ESPE, St. Paul, MN, USA).



Figura 11 - Apresentação dos sistemas adesivos Scotchbond™ Universal (3M ESPE, St. Paul, MN, USA) e Scotchbond™ Multi-Purpose (3M ESPE, St. Paul, MN, USA)

MATERIAL	COMPOSIÇÃO	LOTE	VALIDADE	pH
<b>Scotchbond™ Universal Adhesive (3M ESPE, St. Paul, MN, USA)</b>	Bis-GMA, HEMA, água, etanol. Sílica tratada com silano, 10-MDP, ácido 2-propenóico, 2-metil-, produtos da reação com 1,10-decanediol e óxido de fósforo (P2O5), copolímero do ácido poli-alquenoico (polímero do Vitrebond), CQ, dimetilaminobenzoato (-4), (dimetilamino)etil metacrilato, metil etil cetona, silano	479196	2014-05	2,3
<b>Adper™ Scotchbond™ Multi-Purpose Adhesive System (3M ESPE, St. Paul, MN, USA)</b>	HEMA, Bis-GMA, Catalisadores	N405528	2015-06	-
<b>Filtek Z250 (3M ESPE, St Paul, MN, USA)</b>	Zirconium e sílica tratados com silano, BisEMA6, UDMA, Bis-GMA, TEGDMA, fotoiniciador e estabilizadores	N357186	2015-01	-
<b>Scotchbond Universal Etchant (3M ESPE, St. Paul, MN, USA)</b>	Água, ácido fosfórico a 34%, glicol de polietileno, óxido de alumínio, sílica amorfa sintética sem cristais	475742	2014-01	0,04

Tabela 1 - Composição, Lote e Validade de cada material utilizado.

Dentro de cada grupo principal, fez-se uma divisão em três sub-grupos de acordo com o tipo de envelhecimento efectuado, resultando num total de nove grupos como demonstra a tabela seguinte.

	24 horas	Termociclagem	6 meses
<b>Scotchbond™ Universal Adhesive (3M ESPE, St. Paul, MN, USA) Vertente <i>Self-Etch</i></b>	SBU SE 1	SBU SE 2	SBU SE 3
<b>Scotchbond™ Universal Adhesive (3M ESPE, St. Paul, MN, USA) Vertente <i>Etch and Rinse</i></b>	SBU ER 1	SBU ER 2	SBU ER 3
<b>Adper™ Scotchbond™ Multi-Purpose Adhesive System (3M ESPE, St. Paul, MN, USA)</b>	SBM 1	SBM 2	SBM 3

Tabela 2 - Distribuição dos grupos deste estudo.

Cada dente foi colado longitudinalmente com cola quente a um dispositivo de fixação do micrótomo de tecidos duros (Accutom-50, Struers, Dinamarca) para fazer dois cortes sob irrigação com água com uma lâmina de diamante, um paralelo à face oclusal e outro abaixo da junção amelo-cimentária, de forma a que o primeiro corte remova a camada superficial de esmalte e exponha a de dentina, e a que o segundo separe as raízes da porção coronária. (Fig. 12 e 13)

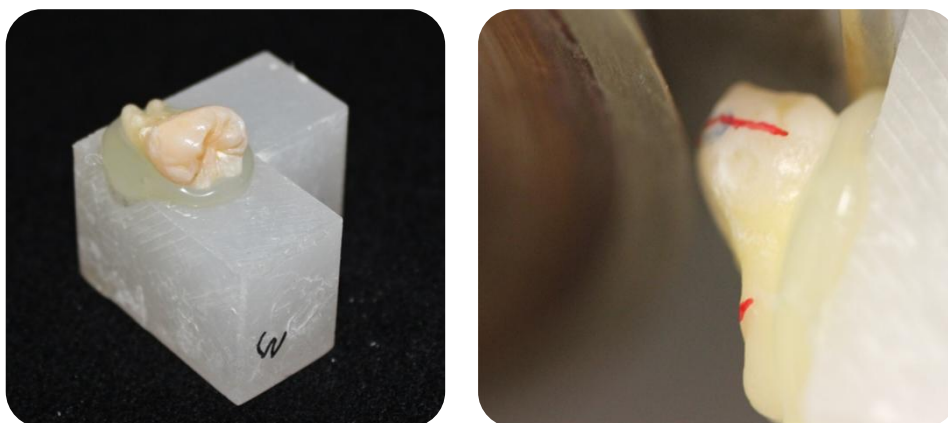


Figura 12 - Montagem de um dente no dispositivo de fixação e corte com lâmina de diamante



Figura 13 - Micrótopo de tecidos duros (Accutom-50, Struers, Dinamarca)

Após a remoção dos restos de cola quente, a superfície oclusal foi submetida a polimento sob água corrente durante 5 voltas com uma lixa de SiC de 600 grit (Buehler, Lake Bluff, IL, USA) de acordo com a norma ISO 11405 com o objectivo de remover todo o esmalte remanescente e de obter uma camada de dentina homogénea com *smear layer* relevante para a adesão. (Fig. 15)



Figura 14 - Polidora (LaboForce-1, Struers, Denmark)



Figura 15 - Dente a ser polido sob água corrente com lixa de SiC

Seguidamente, efectuou-se, segundo as instruções do fabricante, a aplicação dos adesivos e a restauração com resina composta Filtek Z250 (cor A2, 3M ESPE, St Paul, MN, USA) em incrementos de 2mm, com o auxílio de uma espátula angulada, até perfazer 6mm de altura (Tabelas 3 a 6).

Entre cada camada de resina, fotopolimerizou-se durante 20 segundos com o fotopolimerizador Optilux 501 (Kerr, Middleton, USA) (Fig. 16 e 19), com uma intensidade de  $600 \text{ mW/cm}^2$  sendo periodicamente testado com um radiómetro (Demetron 100, Demetron Research Corporation, Danbury, USA).

Com o objectivo de distinguir a dentina central da periférica, e para aproveitar apenas a dentina central, desenhou-se um quadrado no centro da restauração com 3mm de lado.



Figura 16 - Fotopolimerizador Optilux 501 (Kerr, Middleton, USA)

**Scotchbond™ Universal Adhesive**  
(3M ESPE, St. Paul, MN, USA)

**Instruções de Aplicação**

**Técnica de Condicionamento Total**

- 1) Limpar a cavidade com spray de água e secar ligeiramente com jacto de ar ou com bola de algodão, sem ressequir;
- 2) Aplicar um gel de condicionamento ácido durante 15 segundos;
- 3) Lavar abundantemente e secar sem ressequir;
- 4) Utilizando um *microbrush*, aplicar o adesivo em toda a superfície preparada esfregando durante 20 segundos; se necessário, voltar a humedecer o *microbrush* com adesivo;
- 5) Aplicar um jacto de ar suave sobre o adesivo durante 5 segundos, até que o solvente se tenha evaporado na totalidade deixando de apresentar movimento;
- 6) Fotopolimerizar o adesivo por 10 segundos.

**Técnica de Auto-Condicionamento**

- 1) Limpar a cavidade com spray de água e secar ligeiramente com jacto de ar ou com bola de algodão, sem ressequir;
- 2) Utilizando um *microbrush*, aplicar o adesivo em toda a superfície preparada esfregando durante 20 segundos; se necessário, voltar a humedecer o *microbrush* com adesivo;
- 3) Aplicar um jacto de ar suave sobre o adesivo durante 5 segundos, até que o solvente se tenha evaporado na totalidade deixando de apresentar movimento;
- 4) Fotopolimerizar o adesivo por 10 segundos.

Tabela 3 - Instruções de aplicação segundo o fabricante para o Scotchbond™ Universal Adhesive (3M ESPE, St. Paul, MN, USA)

**Adper™ Scotchbond™ Multi-Purpose Adhesive System  
(3M ESPE, St. Paul, MN, USA)**

**Técnica de Aplicação**

- 1) Aplicar gel de condicionamento ácido durante 5 segundos;
- 2) Lavar por 15 segundos e secar durante 5 segundos;
- 3) Aplicar o preparador Adper Scotchbond multiuso à superfície já submetida a ataque ácido;
- 4) Secar ligeiramente por 5 segundos;
- 5) Aplicar o adesivo Adper Scotchbond multiuso à superfície já submetida a ataque ácido;
- 6) Fotopolimerizar durante 10 segundos.

Tabela 4 - Instruções de aplicação segundo o fabricante para o Adper™ Scotchbond™ Multi-Purpose Adhesive System (3M ESPE, St. Paul, MN, USA)

**Filtek Z250**

**(3M ESPE, St Paul, MN, USA)**

**Técnica de Aplicação**

- 1) Aplicar o compósito em camadas menores que 2,5 mm de altura;
- 2) Fotopolimerizar durante 20 segundos.

Tabela 5 - Instruções de aplicação segundo o fabricante para a resina composta Filtek Z250 (3M ESPE, St. Paul, MN, USA)



Figura 17 - Resina Composta Filtek Z250 (3M ESPE, St Paul, MN, USA)



**Scotchbond Universal Etchant  
(3M ESPE, St. Paul, MN, USA)**

**Técnica de Aplicação**

- 1) Limpar a cavidade com jacto de água e secar com spray de ar ou bola de algodão, sem ressequir;
- 2) Aplicar o gel de condicionamento ácido durante 15 segundos sobre o esmalte ou dentina, preparados ou não;
- 3) Lavar abundantemente por 15 segundos e secar sem ressequir.

Tabela 6 - Instruções de aplicação segundo o fabricante para o Scotchbond Universal Etchant (3M ESPE, St. Paul, MN, USA)



Figura 18 - Scotchbond Universal Etchant (3M ESPE, St. Paul, MN, USA)

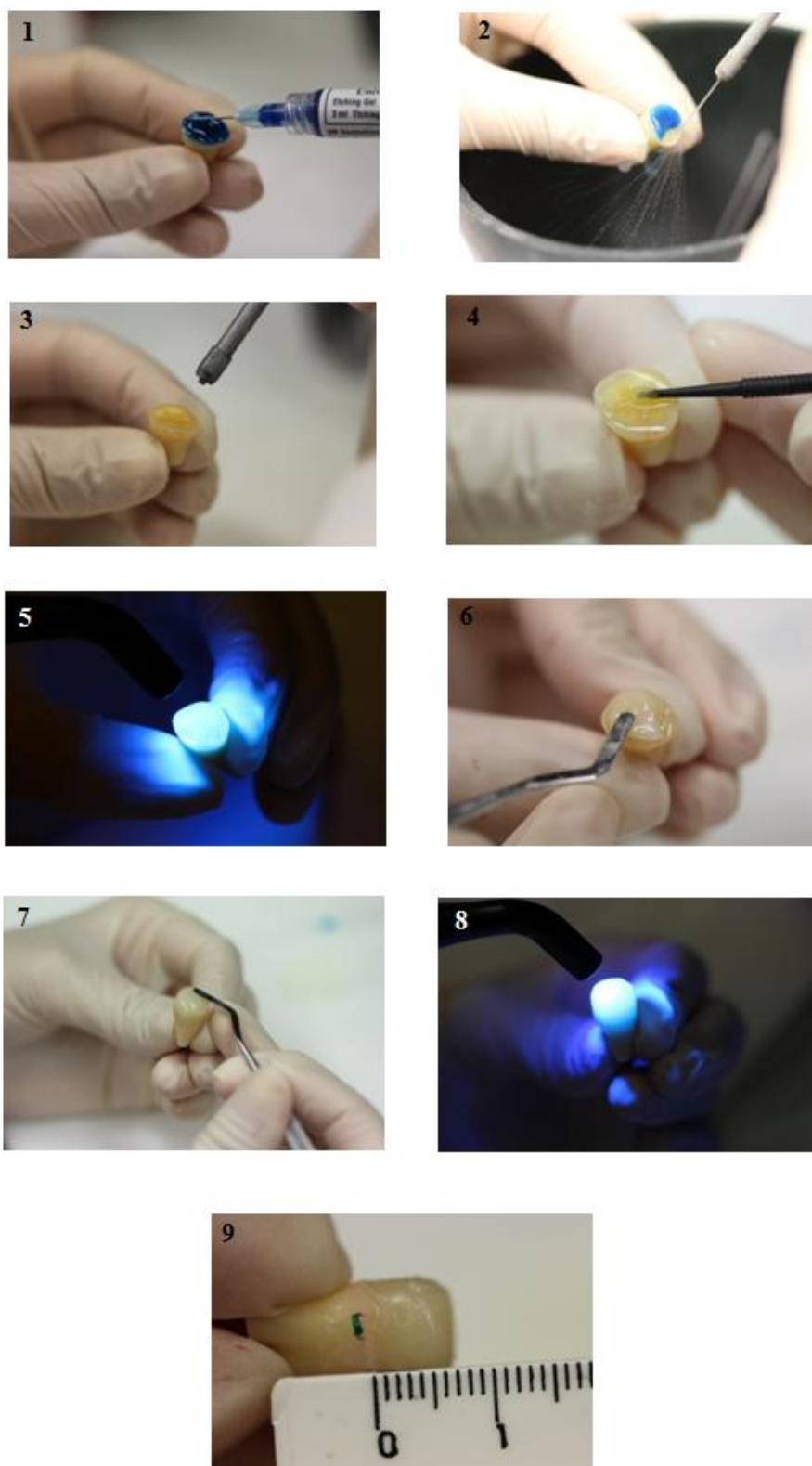


Figura 19 - Sequência de passos para a restauração (1-Condicionamento ácido, apenas aplicado nos sistemas adesivos *etch-and-rinse*; 2-Remoção do ácido com jacto de água; 3-Secagem com jacto de ar; 4-Aplicação do sistema adesivo; 5-Fotopolimerização do sistema adesivo; 6 e 7-Aplicação do compósito em camadas; 8-Fotopolimerização entre camadas do compósito; 9- Verificação de que a altura total da restauração a resina composta é de 6mm)

Concluída a fase da restauração, efectuaram-se os cortes em palitos, dos dentes restaurados, através do micrótomo de tecidos duros (Accuton 50, Struers A/S, Ballerup, Denmark) com uma lâmina de diamante a baixa velocidade, com irrigação com água, nas direcções X e Y, obtendo palitos com secção transversal de  $1\pm0,3\text{ mm}^2$  (Fig. 20). No grupo da termociclagem, este passo só foi efectuado após os 10000 ciclos em banhos de 30 segundos a 5° e 55° C. (Fig. 21)

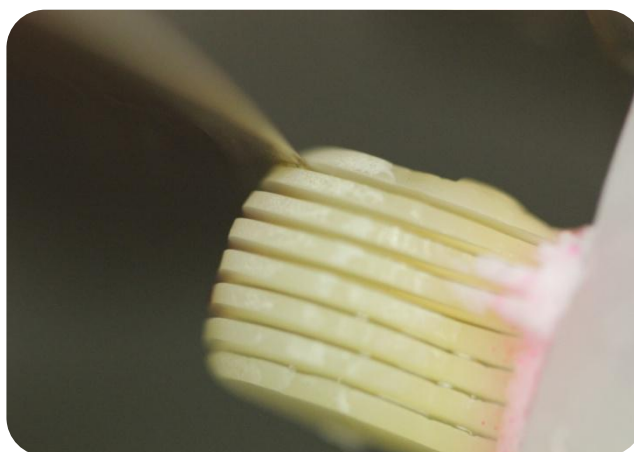


Figura 20 - Lâmina diamantada a efectuar os cortes da amostra em palitos



Figura 21 - Termociclador (Refri 200 E, ARALAB, Parede, Portugal)

Os palitos obtidos foram armazenados em saliva artificial (Fusayama et al., 1963) por um período de 24 horas ou 6 meses, consoante os grupos de estudo, numa estufa de incubação a 37°C. (Fig. 22)



Figura 22 - Estufa de Incubação (Mettmert INE 400, Metmert, Germany)

Após o período de armazenamento necessário, colaram-se os palitos individualmente a um jig de aço inoxidável de Geraldeli com cola de cianoacrilato (Zapit, Dental Ventures of America, Corona, CA, USA) para testar a resistência à tracção de cada adesivo através de uma máquina de testes universal (Shimadzu AG-50kNI SD MS, Shimadzu Corporation, Kyoto, Japan) a uma velocidade de 0,5mm/min com o uso de uma célula de 5kN (Fig. 23). Foram registados numa folha de cálculo os valores dos lados dos palitos através de uma craveira digital (Storm Digital Caliper, Pontoglio, Brescia, Itália) com uma precisão de 0,001mm, para, deste modo, calcular a área em mm<sup>2</sup> da interface adesiva. Também se registou na mesma folha o valor da força (em kN) na altura da fractura permitindo assim o cálculo em MPa das forças de microtracção.

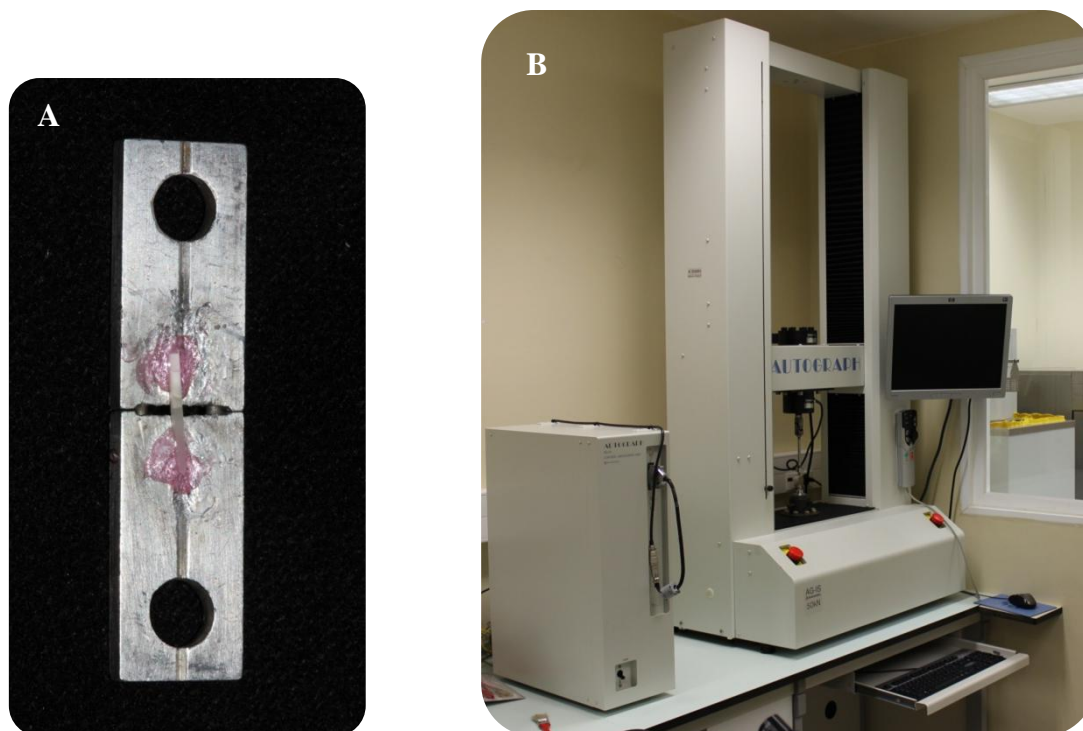


Figura 23 - (A) *Jig* de aço inoxidável com palito colado e pronto para ser testado; (B) Máquina de testes universal (Shimadzu AG-50kNI SD MS, Shimadzu Corporation, Kyoto, Japan)

A fractura foi observada numa lupa com ampliação de 20x (Leica MZ6, Leica Microsystems, Buffalo, USA) a fim de ser classificada em:

- Adesiva: quando ocorre na interface dentina-adesivo;
- Coesiva: quando ocorre em dentina ou em resina composta;
- Mista: quando ocorre na interface adesiva e dentina e/ou resina composta.

Para análise estatística ir-se-ão submeter os valores de microtracção a uma ANOVA com  $p < 0.05$  (SPSS 20.0, SPSS Inc.).



## RESULTADOS

### Média e Desvio Padrão dos Grupos do Sistema Adesivo SBM

	MÉDIA	DESVIO PADRÃO	N
<b>SBM 1</b>	27	19	53
<b>SBM 2</b>	28	18	29
<b>SBM 3</b>	19	10	47

Tabela 7 - Média em MPa e Desvio padrão das forças adesivas de microtração e número das amostras do sistema adesivo SBM

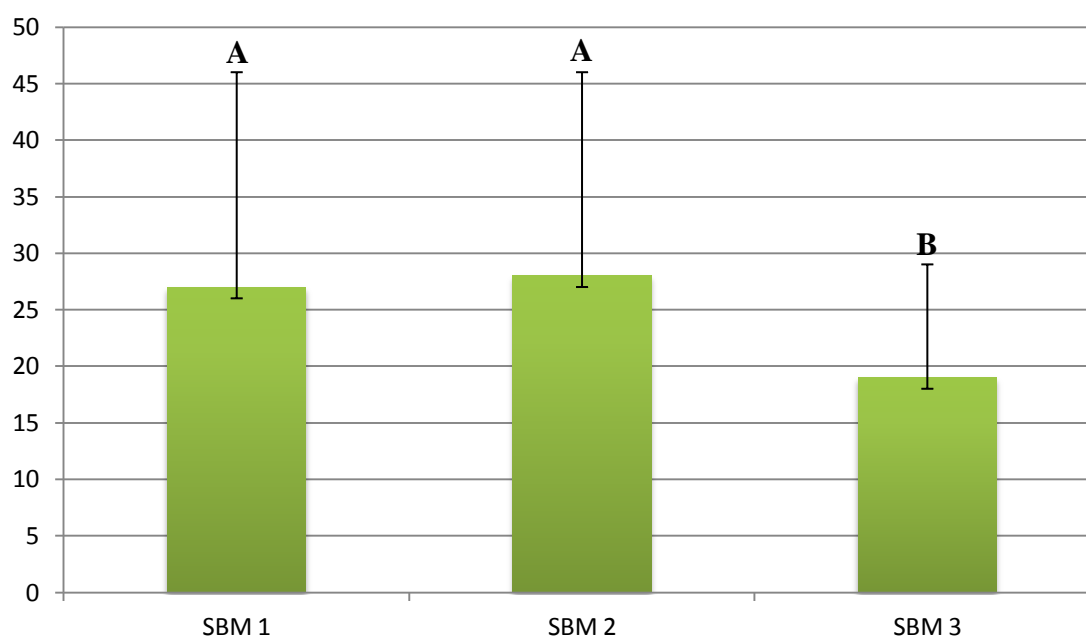


Gráfico 1 - Média em MPa e Desvio padrão das forças adesivas de microtração do sistema adesivo SBM. Valores com letras diferentes representam diferenças estatísticas significativas.

Com a análise do Gráfico 1, podemos verificar que as forças adesivas de microtração obtidas no grupo SBM 1 e no grupo SBM 2 são muito semelhantes. Contudo, há uma diminuição significativa dos valores das forças de microtração no grupo SBM 3.

### **Média e Desvio Padrão dos Grupos do Sistema Adesivo SBU ER**

	<b>MÉDIA</b>	<b>DESVIO PADRÃO</b>	<b>N</b>
<b>SBU ER 1</b>	28	15	51
<b>SBU ER 2</b>	27	14	56
<b>SBU ER 3</b>	14	11	43

Tabela 8 - Média em MPa e Desvio padrão das forças adesivas de microtracção e número das amostras do sistema adesivo SBU ER

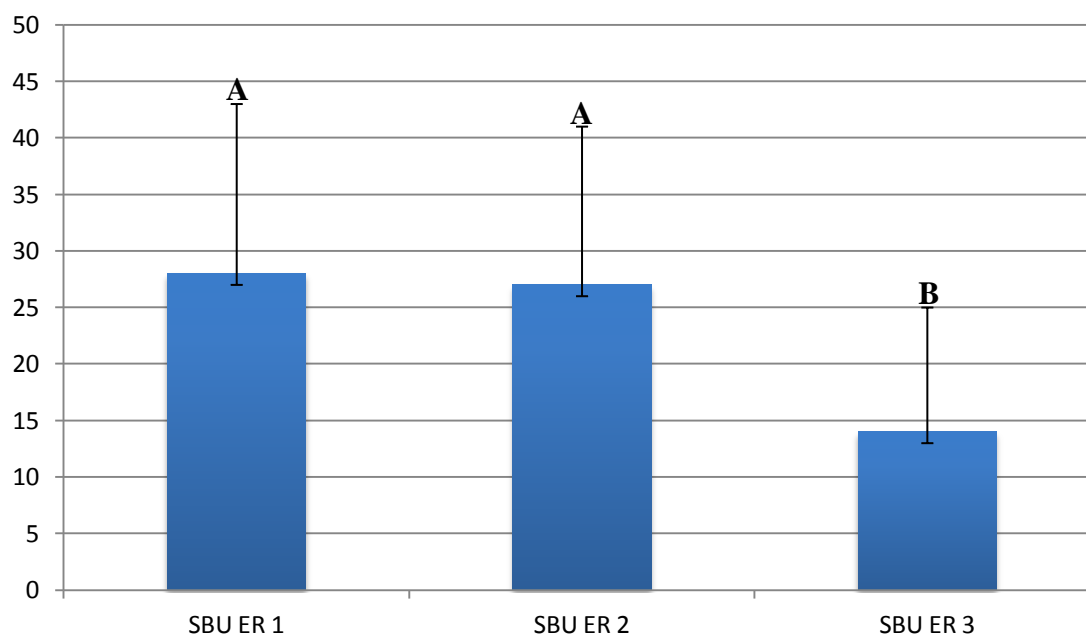


Gráfico 2 - Média em MPa e Desvio padrão das forças adesivas de microtracção do sistema adesivo SBU ER. Valores com letras diferentes representam diferenças estatísticas significativas.

Através da análise do Gráfico 2, podemos concluir que apenas existe diminuição significativa das forças adesivas de microtracção no grupo SBU ER 3. Os grupos SBU ER 1 e SBU ER 2 obtiveram valores médios de forças de microtracção muito próximos.



**Média e Desvio Padrão dos Grupos do Sistema Adesivo SBU SE**

	<b>MÉDIA</b>	<b>DESVIO PADRÃO</b>	<b>N</b>
<b>SBU SE 1</b>	24	18	55
<b>SBU SE 2</b>	33	18	58
<b>SBU SE 3</b>	15	11	44

Tabela 9 - Média em MPa e Desvio padrão das forças adesivas de microtração e número das amostras do sistema adesivo SBU SE

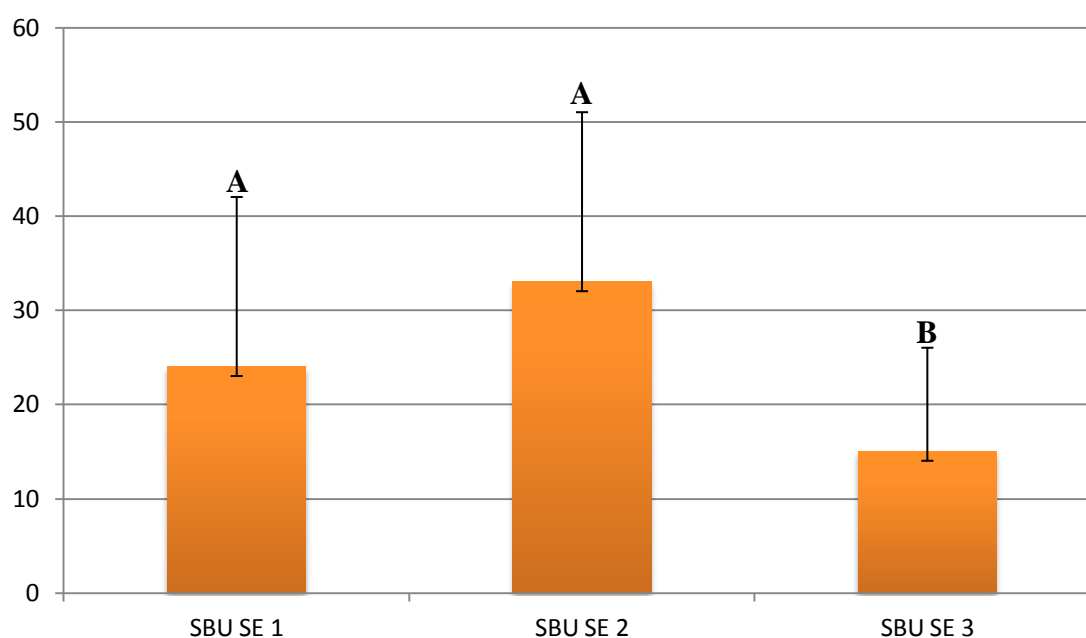


Gráfico 3 - Média em MPa e Desvio padrão das forças adesivas de microtração do sistema adesivo SBU SE. Valores com letras diferentes representam diferenças estatísticas significativas.

Analisando o Gráfico 3, verificamos que o grupo SBU SE 3 teve uma diminuição significativa dos valores das forças de adesão, obtidas por microtração, quando comparado com os grupos SBU SE 1 e SBU SE 2.

Apenas se observou uma diminuição significativa das forças adesivas em microtração dos grupos sujeitos a seis meses de armazenamento das amostras.

### **Tipos de Fracturas**

Efectuada a microtracção das amostras, registou-se o tipo de fractura ocorrido em cada palito.

**Distribuição das fracturas pelos grupos em estudo**

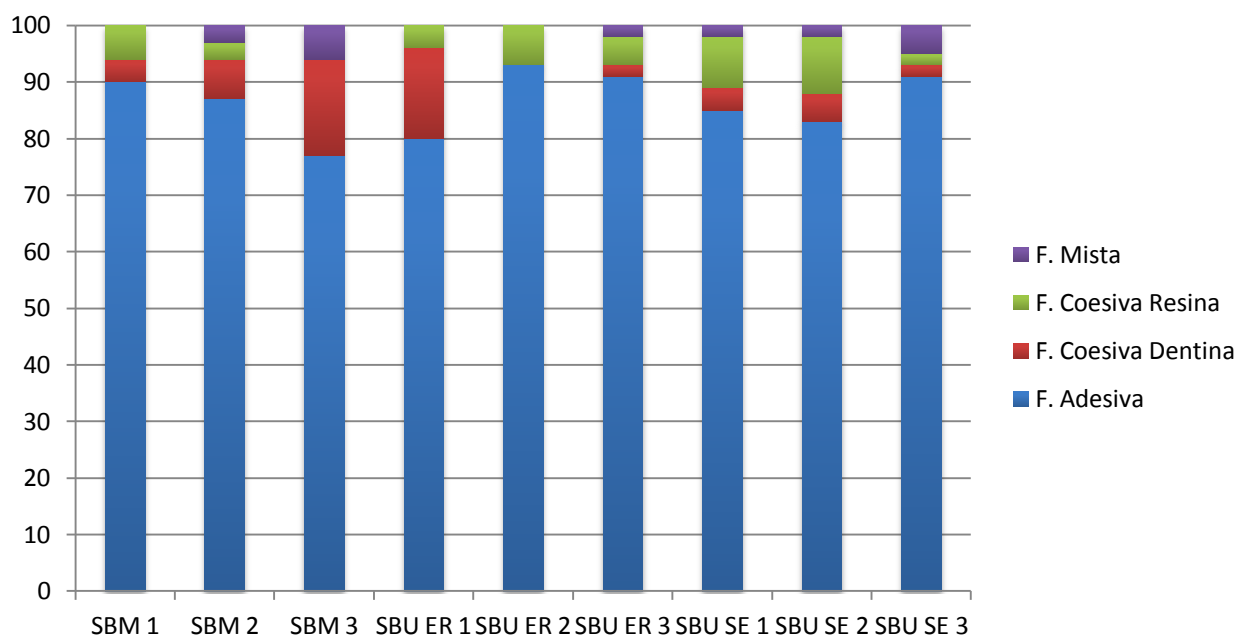


Gráfico 4 - Distribuição das fracturas pelos grupos em estudo

Com o Gráfico 4 podemos verificar que o grupo com maior quantidade de fracturas adesivas foi o SBU ER 2.

Os grupos SBM 3 e SBU ER 1 foram aqueles onde se registou maior quantidade de fracturas coesivas em dentina. O valor mais alto de fracturas coesivas em resina foi obtido no grupo SBU SE 2.

Por último, o maior número de fracturas mistas foi encontrado nos grupos SBM 3 e SBU SE 3.

## **Estatística descritiva**

Previamente ao estudo dos efeitos do tipo de adesivo e tratamento sobre a resistência do material, calculou-se a média e o desvio-padrão da resistência do material (em MPa), por adesivo e por tipo de tratamento.

Tendo em conta os objectivos do estudo, aplicou-se a ANOVA 2-way aos dados recolhidos. Previamente a essa análise, procedeu-se à verificação dos pressupostos para a mesma, nomeadamente, normalidade da distribuição e homogeneidade de variância dos dados da resistência à tracção. Ambos os pressupostos foram violados mas tal não é impeditivo da análise, uma vez que a razão F é robusta contra desvios à normalidade e dados heterogéneos nos casos em que os grupos são de dimensões comparáveis, como se verifica neste estudo.

## **Inferência estatística**

Nestas condições, através dos resultados da ANOVA 2-way, conclui-se o seguinte:

- 1º) os dois factores experimentais considerados (tipo de adesivo e tipo de tratamento) exercem efeitos sobre a resistência do material à tracção de forma independente; no entanto, a existência de interacção entre os dois factores é sugerida pelo gráfico presente no ANEXO 2, embora não suportada estatisticamente ( $p = 0.091$ );
- 2º) não existem diferenças significativas entre adesivos, no que se refere à resistência à tracção ( $p = 0.712$ );
- 3º) independentemente do adesivo considerado, tratamentos diferentes induzem diferenças significativas no que respeita à resistência à tracção ( $p < 0.001$ ); assim, o tratamento a 6M induz uma diminuição significativa da resistência material média de cerca de 10 MPa, quando comparado com o tratamento a 24h ( $p < 0.001$ ), e de cerca de 13 MPa, quando comparado com a Termociclagem ( $p < 0.001$ ); finalmente, os efeitos sobre a resistência à tracção induzidos pelo tratamento a 24h não diferem significativamente dos resultantes da Termociclagem.



## DISCUSSÃO

Para a realização deste trabalho de investigação seguiu-se a norma ISO/TS 11405 de 2003 que especifica como devem ser realizados os testes de adesão à estrutura dentária.

Esta norma define os critérios de selecção dos dentes (pré-molares e molares permanentes humanos hígidos de indivíduos entre os 16 e os 40 anos extraídos há não mais de 6 meses), o modo de armazenamento (após extracção os dentes devem ser lavados em água corrente e colocados durante uma semana, no máximo, em cloramina tri-hidratada a 0,5% sendo seguidamente armazenados em água destilada a 4°C), o tipo de lixa a ser utilizada para a preparação da superfície dentária (lixa SiC de 600 grit) e o procedimento para a realização do teste de microtracção (velocidade recomendada de  $0,75 \pm 0,30$  mm/min).

As contrário do que é indicado por esta norma, neste estudo utilizou-se saliva artificial para armazenar as amostras. Isto porque, a água destilada utilizada por diversos autores (Dantas et al., 2008; Perdigão et al., 2012; Muñoz et al., 2013) não representa quimicamente o meio oral (El Mallakh & Sarkar, 1990). A composição da saliva artificial utilizada é descrita por Fusayama et al., (1963). Actualmente, são vários os exemplos de autores que optam por este tipo de armazenamento (Breschi et al., 2008; El-Deeb et al., 2013; Marchesi et al., 2013).

Neste estudo, utilizaram-se lixas SiC de 600 grit para remover todo o esmalte remanescente e obter uma camada de dentina homogénea com *smear layer* relevante para a adesão (Ghassemieh, 2008; El Zohairy et al., 2010; Mobarak et al., 2010; Choi et al., 2011; Muñoz et al., 2013; Perdigão et al., 2013).

No presente estudo optou-se por envelhecer as amostras segundo o método directo, com excepção do grupo da termociclagem onde se envelheceu o dente na sua totalidade devido à impossibilidade que havia de colocar palitos no termociclador pelas suas pequenas dimensões. A escolha do método directo de envelhecimento foi para que uma menor área de interface adesiva estivesse mais exposta aos meios de envelhecimento,

sendo mais susceptível a degradação pelo contacto directo com a água, ou neste caso, com a saliva artificial (Abdalla & Feilzer, 2008).

O facto de os valores de termociclagem obtidos terem sido muito próximos dos registados às 24h, não havendo a diminuição de forças adesivas esperada com este tipo de envelhecimento, pode ser devido aos grupos da termociclagem terem sido submetidos a um envelhecimento indirecto, levando a que as forças de adesão sejam superiores, pois as amostras para as 24h foram sujeitas a envelhecimento do tipo directo. Toledano et al., (2007) chegaram à conclusão de que as amostras sujeitas a envelhecimento directo sofriam diminuição significativa das forças de adesão quando comparadas com as amostras que tinham sido sujeitas a envelhecimento indirecto (Fig. 24). Os mesmos autores justificam esta conclusão com base em dois factores principais: as fibras de colagénio expostas podem ser degradadas se os componentes da matriz forem expostos após a infiltração do adesivo de resina; a sorção da água pode diminuir as propriedades mecânicas dos monómeros de resina hidrofílicos dos sistemas adesivos.

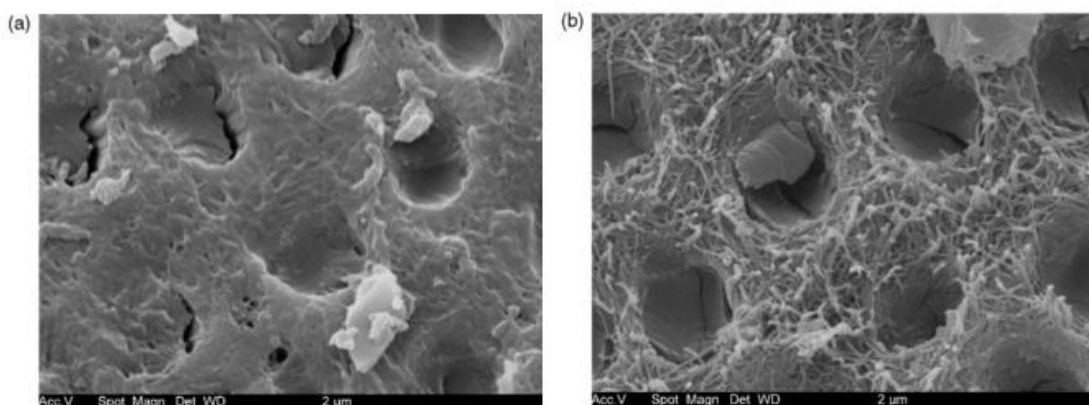


Figura 24 - Imagem obtida por SEM da interface adesiva após fractura de um sistema adesivo *self-etch*. (a) quando submetido durante 4 anos a envelhecimento indirecto em água pode-se observar uma densa camada híbrida que consiste na resina envolvida por fibras de colagénio e matriz de resina; (b) quando sujeito por 4 anos a envelhecimento directo em água observam-se as fibras de colagénio expostas com perda dos conteúdos de resina. (Fonte: Abdalla & Feilzer, 2008)

No caso do envelhecimento directo com margens em dentina, a interface adesiva não consegue impedir completamente o movimento de fluidos e a infiltração de água por pressão pode acelerar a degradação desta interface (Abdalla & Feilzer, 2008).

Neste trabalho de investigação, sujeitaram-se as amostras do grupo da termociclagem a 10000 ciclos no termociclador em banhos de 30 segundos de 5-55°C de forma a simular

1 ano na cavidade oral (Gale & Darvell, 1999; De Munck et al., 2005; Amaral et al., 2007). As temperaturas utilizadas foram escolhidas com base em investigações anteriores que determinam as temperaturas a que as superfícies dentárias podem estar sujeitas (Plant et al., 1974; Palmer et al., 1992; Ernst et al., 2004).

Segundo a norma ISO/TS 11405:2003, o tempo de exposição a cada banho deve ser pelo menos de 20 segundos.

A termociclagem induz stress na interface adesiva através de contracções e expansões sucessivas produzidas pelo coeficiente de contracção/ expansão do compósito. Estas contracções e expansões levam a que se formem fendas na interface adesiva que deixam passar fluidos através da interface que aceleram o processo de hidrólise desta levando a alterações das forças de adesão. (Amaral et al., 2007)

Os dentes foram transformados em "palitos" para assim se obterem mais amostras através de um menor número de dentes. Para além disto, este procedimento é muito frequente em testes de adesão que seguem a Teoria de Griffith que relaciona pequenas áreas com altos valores de tensão devido à sua menor área de factura. (Ghassemieh, 2008; Gallusi et al., 2009)

A força adesiva foi testada através do teste de microtracção numa máquina de testes universal (Shimadzu AG-50kNI SD MS, Shimadzu Corporation, Kyoto, Japan) a uma velocidade de 0,5mm/min. (Bühler et al., 2004; Mitsui et al., 2006; Abdalla & Feilzer, 2008; Dantas et al., 2008; Khamverdi, 2008; Manso et al., 2009; Andrade et al., 2010; Melo et al., 2013; Zhang et al., 2013).

Contudo, existem autores que utilizam uma velocidade de 1,0mm/min (Cardoso et al., 2008; Holzmeier et al., 2008; Ikeda et al., 2009; El Zohairy et al., 2010; Hanabusa et al., 2012; Perdigão et al., 2013; Poitevin et al., 2013).

Actualmente, o teste de microtracção é considerado o melhor teste para avaliar a força adesiva. Contudo, é muito influenciado pelo procedimento aquando da microtracção e pela preparação das amostras. (Gallusi et al., 2009)

Em relação aos resultados para o grupo SBM 1 (Scotchbond™ Multi-Purpose), obtiveram-se forças adesivas em MPa próximas das obtidas nos estudos de Mobarak et al., 2010; Melo et al., 2013; Zhang et al., 2013; e superiores às do estudo de Dantas et al., 2008. De notar que estas forças obtidas por Dantas et al. (2008) foram obtidas com o

teste de cisalhamento em incisivos bovinos, tendo também sido diferente do nosso estudo em relação às lixas usadas (de 180 e 320 grit), ao tempo de fotopolimerização (40 segundos) e ao meio em que armazenaram as amostras (água destilada).

Para o mesmo grupo, quando comparamos os tipos de fractura com o estudo de Mobarak et al., (2010), podemos afirmar que obtivemos mais fracuras adesivas mas menos fracturas mistas e aproximadamente a mesma percentagem para fracturas coesivas em dentina e mais coesivas em resina.

No grupo SBM 3 (Scotchbond™ Multi-Purpose), as forças que obtivemos foram superiores às obtidas por Dantas et al. (2008) sendo de notar as diferenças acima referidas: Dantas et al. submeteram as amostras a teste de cisalhamento em incisivos bovinos, tendo também sido diferente do nosso estudo em relação às lixas usadas (de 180 e 320 grit), ao tempo de fotopolimerização (40 segundos) e ao meio em que armazenaram as amostras (água destilada).

As forças obtidas no grupo SBU ER 1 (Scotchbond™ Universal vertente *etch-and-rinse*) foram ligeiramente superiores às do grupo SBU SE 1 (Scotchbond™ Universal vertente *self-etch*) tal como ocorreu no estudo de Muñoz et al., (2013) com ligeiras diferenças das médias das forças adesivas. Comparando com o mesmo estudo, a percentagem de fracturas adesivas para os dois grupos também foi idêntica. Para além disto, no estudo de Muñoz et al., (2013), testou-se outro sistema adesivo *self-etch* suave (All Bond Universal™ Bisco Inc., Schaumburg, IL, USA) com pH muito próximo do pH do Scotchbond Universal (3M ESPE, St. Paul, MN, USA) utilizado no nosso estudo. As forças que obtiveram com o All Bond Universal às 24h foram inferiores às que obtivemos com o Scotchbond Universal na vertente *self-etch*.

Comparando ainda com um outro sistema adesivo *self-etch* suave (Clearfil Mega Bond™ Kuraray, Frankfurt, Germany) utilizado no estudo de Pashley & Tay, (2001), mas aplicado em esmalte, podemos verificar que a média de forças adesivas obtidas às 24h deste sistema adesivo foram inferiores às que obtivemos com o Scotchbond Universal na vertente *self-etch* (de notar que estas forças foram obtidas em dentina).

Podemos também comparar a outro sistema adesivo *self-etch* suave (Futurabond® Voco, Cuxhaven, Germany) aplicado em dentina e utilizado no estudo de Osorio et al., (2008). A média de forças adesivas que obtiveram às 24h foram inferiores às que



obtivemos no grupo SBU SE 1 (Scotchbond™ Universal vertente *self-etch*), e as que obtiveram aos 6 meses de armazenamento em água foram ligeiramente inferiores às que obtivemos no grupo SBU SE 3 (Scotchbond™ Universal vertente *self-etch*).

Quando comparamos os grupos SBU ER 1 (Scotchbond™ Universal vertente *etch-and-rinse*) e SBU SE 1 (Scotchbond™ Universal vertente *self-etch*) com o estudo de Perdigão et al., (2012) observamos que as forças obtidas no nosso estudo são muito inferiores às registadas por estes autores para os mesmos sistemas adesivos. Isto pode dever-se a diferenças existentes nos procedimentos tais como a velocidade de microtracção (1mm/min), o tempo de fotopolimerização de cada incremento de resina (40 segundos) e o facto de no estudo ao qual estamos a comparar testarem a força de adesão no imediato e não após 24h de armazenamento.

O facto de o Scotchbond™ Universal (3M ESPE, St. Paul, MN, USA) ter relativamente pouco tempo no mercado leva a que hajam poucos estudos reconhecidos e publicados, dificultando assim a comparação de resultados.

No presente estudo, não se encontraram diferenças significativas nas forças de adesão entre os dois sistemas adesivos testados. Podemos assim concluir que o Scotchbond™ Universal (3M ESPE, St. Paul, MN, USA) na vertente *self-etch* consegue atingir forças de adesão muito próximas das obtidas com a técnica *etch-and-rinse*, sendo então uma vantagem para este sistema adesivo uma vez que, normalmente, se obtêm forças adesivas superiores com a técnica *etch-and-rinse*.

## **CONCLUSÕES**

- 1) Não foram encontradas diferenças significativas dos valores de microtracção entre os três sistemas adesivos testados;
- 2) Apenas o armazenamento em saliva artificial por seis meses em estufa de incubação induziu uma diminuição significativa das forças de adesão.

A Hipótese nula é aceite.

## BIBLIOGRAFIA

- Abdalla, A. I., & Feilzer, A. J. Four-year water degradation of a total-etch and two self-etching adhesives bonded to dentin. *J Dent.* 2008; 36(8): 611–7. doi:10.1016/j.jdent.2008.04.011
- Amaral, F. L. B., Colucci, V., Palma-Dibb, R. G., & Corona, S. a M. Assessment of in vitro methods used to promote adhesive interface degradation: a critical review. *J Esthet Restor.* 2007; 19(6): 340–53; discussion 354. doi:10.1111/j.1708-8240.2007.00134.x
- Andrade, A. M. de, Moura, S. K., Reis, A., Loguercio, A. D., Garcia, E. J., & Grande, R. H. M. Evaluating resin-enamel bonds by microshear and microtensile bond strength tests: effects of composite resin. *J Appl Oral Sci.* 2010; 18(6): 591–8.
- Breschi, L., Mazzoni, A., Ruggeri, A., Cadenaro, M., Di Lenarda, R., & De Stefano Dorigo, E. Dental adhesion review: aging and stability of the bonded interface. *Dent Mater.* 2008; 24(1): 90–101. doi:10.1016/j.dental.2007.02.009
- Bühler, A., Lucia, A., Roberto, J., & José, S. Shear Bond Strength of Total-Etch and Self-Etching Adhesive Systems to Bovine Dentin. *Revista de Odontologia da UNESP.* 2004; 33(3): 131–136.
- Cardoso, M V, De Almeida Neves, a, Mine, a, Coutinho, E., Van Landuyt, K., De Munck, J., & Van Meerbeek, B. Current aspects on bonding effectiveness and stability in adhesive dentistry. *Aust Dent J.* 2011; 56(1): 31–44. doi:10.1111/j.1834-7819.2011.01294.x
- Cardoso, Marcio V, Coutinho, E., Ermis, R. B., Poitevin, A., Van Landuyt, K., De Munck, J., Carvalho, R. C. R., et al. Influence of dentin cavity surface finishing on micro-tensile bond strength of adhesives. *Dent Mater.* 2008; 24(4): 492–501. doi:10.1016/j.dental.2007.04.011
- Choi, C.-K., Son, S.-A., Ha, J.-H., Hur, B., Kim, H.-C., Kwon, Y.-H., & Park, J.-K. Influence of application methods of one-step self-etching adhesives on

- microtensile bond strength. *Journal of Korean Academy of Conservative Dentistry*. 2011; 36(3): 203. doi:10.5395/JKACD.2011.36.3.203
- Dantas, D. C. R. E., Ribeiro, A. I. A. M., Lima, L. H. M. D. A., De Lima, M. G., Guênes, G. M. T., Braz, A. K. S., & Braz, R. Influence of water storage time on the bond strength of etch-and-rinse and self-etching adhesive systems. *Braz Dent J*. 2008; 19(3): 219–23.
- De Munck, J, Van Landuyt, K., Peumans, M., Poitevin, a, Lambrechts, P., Braem, M., & Van Meerbeek, B. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. *J Dent Res*. 2005; 84(2): 118–132. doi:10.1177/154405910508400204
- De Munck, Jan, Van Landuyt, K., Coutinho, E., Poitevin, A., Peumans, M., Lambrechts, P., & Van Meerbeek, B. Micro-tensile bond strength of adhesives bonded to Class-I cavity-bottom dentin after thermo-cycling. *Dent Mater*. 2005; 21(11): 999–1007. doi:10.1016/j.dental.2004.11.005
- El Mallakh, B. F., & Sarkar, N. K. Fluoride release from glass-ionomer cements in de-ionized water and artificial saliva. *Dent Mater*. 1990; 6(2): 118-22.
- El Zohairy, A. a, Saber, M. H., Abdalla, A. I., & Feilzer, A. J. Efficacy of microtensile versus microshear bond testing for evaluation of bond strength of dental adhesive systems to enamel. *Dent Mater*. 2010; 26(9): 848–54. doi:10.1016/j.dental.2010.04.010
- El-Deeb, H., Al Sherbiney, H., & Mobarak, E. Bond durability of adhesives containing modified-monomer with/without-fluoride after aging in artificial saliva and under intrapulpal pressure simulation. *Oper Dent*. 2013; 38(1): 48-56.
- Ernst, C., Canbek, K., Euler, T., & Willershausen, B. In vivo validation of the historical in vitro thermocycling temperature range for dental materials testing. *Clin Oral Invest*. 2004; 8(3): 130–138.
- Ferraris G, Muñoz C. Histología y Embriología Bucodental. 1.ed. Espanhã: Editorial Médica Panamericana; 2001. p.197–249.

- Fusayama, T., Katayori, T., & Nomoto, S. Corrosion of Gold and Amalgam Placed in Contact with Each other. *J Dent Res.* 1963; 42(5): 1183–1197. doi:10.1177/00220345630420051301
- Gale, M. S., & Darvell, B. W. Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. *J Dent.* 1999; 27(2): 89–99.
- Gallusi, G., Galeano, P., Libonati, A., Giuca, M. R., & Campanella, V. Evaluation of bond strength of different adhesive systems: Shear and Microtensile Bond Strength Test. *Oral Implantol.* 2009; 2(4): 19–25.
- Ghassemieh, E. Evaluation of sources of uncertainties in microtensile bond strength of dental adhesive system for different specimen geometries. *Dent Mater.* 2008; 24(4): 536–47. doi:10.1016/j.dental.2007.06.022
- Hanabusa, M., Mine, A., Kuboki, T., Momoi, Y., Van Ende, A., Van Meerbeek, B., & De Munck, J. Bonding effectiveness of a new “multi-mode” adhesive to enamel and dentine. *J Dent.* 2012; 40(6): 475–84. doi:10.1016/j.jdent.2012.02.012
- Holzmeier, M., Schaubmayr, M., Dasch, W., & Hirschfelder, U. A new generation of self-etching adhesives: comparison with traditional acid etch technique. *J Orofac Orthop.* 2008; 69(2): 78–93. doi:10.1007/s00056-008-0709-6
- Ikeda, M., Kurokawa, H., Sunada, N., Tamura, Y., Takimoto, M., Murayama, R., Ando, S., et al. Influence of previous acid etching on dentin bond strength of self-etch adhesives. *J Oral Sci.* 2009; 51(4): 527–34.
- Khamverdi, Z. Effect of Mechanical Load Cycling on Microtensile Bond Strength of Self-Etch Systems to Dentin. *J Dent.* 2008; 5(4), 173–178.
- Knobloch, L. a, Gailey, D., Azer, S., Johnston, W. M., Clelland, N., & Kerby, R. E. Bond strengths of one- and two-step self-etch adhesive systems. *J Prosthet Dent.* 2007; 97(4): 216–22. doi:10.1016/j.prosdent.2007.02.013
- Liu, Y., Tjäderhane, L., Breschi, L., Mazzoni, a, Li, N., Mao, J., Pashley, D. H., et al. Limitations in bonding to dentin and experimental strategies to prevent bond degradation. *J Dent Res.* 2011; 90(8): 953–68. doi:10.1177/0022034510391799

- Ma, S., Nakajima, K. F., & Nishiyama, N. Effects of storage temperature on the shelf life of one-step and two-step self-etch adhesives. *Oper Dent.* 2009; 34(4): 472–80. doi:10.2341/08-010-L
- Manso, A. P., Bedran-Russo, A. K., Suh, B., Pashley, D. H., & Carvalho, R. M. Mechanical stability of adhesives under water storage. *Dent Mater.* 2009; 25(6): 744–9. doi:10.1016/j.dental.2008.12.006
- Marchesi, G., Mazzoni, A., Turco, G., Cadenaro, M., Ferrari, M., Di Lenarda, R., & Breschi, L. Aging affects the adhesive interface of posts luted with self-adhesive cements: a 1-year study. *J Adhes Dent.* 2013; 15(2): 173-80.
- Marshall, G. W., Marshall, S. J., Kinney, J. H., & Balooch, M. The dentin substrate: structure and properties related to bonding. *J Dent.* 1997; 25(6): 441–58.
- Melo, M. A. S., Cheng, L., Zhang, K., Weir, M. D., Rodrigues, L. K. a, & Xu, H. H. K. Novel dental adhesives containing nanoparticles of silver and amorphous calcium phosphate. *Dent Mater.* 2013; 29(2): 199–210. doi:10.1016/j.dental.2012.10.005
- Mitsui, F. H. O., Peris, A. R., Cavalcanti, A. N., Marchi, G. M., & Pimenta, L. A. F. Influence of thermal and mechanical load cycling on microtensile bond strengths of total and self-etching adhesive systems. *Oper Dent.* 2006; 31(2): 240–7. doi:10.2341/05-20
- Mobarak, E. H., El-Badrawy, W., Pashley, D. H., & Jamjoom, H. Effect of pretest storage conditions of extracted teeth on their dentin bond strengths. *J Prosthet Dent.* 2010; 104(2): 92–7. doi:10.1016/S0022-3913(10)60098-4
- Muñoz, M. A., Luque, I., Hass, V., Reis, A., Loguercio, A. D., & Bombarda, N. H. C. Immediate bonding properties of universal adhesives to dentine. *J Dent.* 2013; 41(5): 404–11. doi:10.1016/j.jdent.2013.03.001
- Nanci A. Ten Cate's Oral Histology: Development, Structure and Function. 7.ed. USA: Mosby Elsevier; 2008. p.141–238.

- Osorio, R., Pisani-Proenca, J., Erhardt, M. C. G., Osorio, E., Aguilera, F. S., Tay, F. R., & Toledano, M. Resistance of ten contemporary adhesives to resin-dentine bond degradation. *J Dent*. 2008; 36(2): 163–9. doi:10.1016/j.jdent.2007.12.002
- Palmer, D., Barco, M., & Billy, E. Temperature extremes produced orally by hot and cold liquids. *J Prosthet Dent*. 1992; 67(3): 325–327.
- Pashley, D H, & Tay, F. R. Aggressiveness of contemporary self-etching adhesives. Part II: etching effects on unground enamel. *Dent Mater*. 2001; 17(5): 430–44.
- Pashley, David H, Tay, F. R., Breschi, L., Tjäderhane, L., Carvalho, R. M., Carrilho, M., & Tezvergil-Mutluay, A. State of the art etch-and-rinse adhesives. *Dent Mater*. 2011; 27(1): 1–16. doi:10.1016/j.dental.2010.10.016
- Perdigão, J, Sezinando, A., & Monteiro, P. C. Effect of substrate age and adhesive composition on dentin bonding. *Oper Dent*. 2013; 38(3): 267–74. doi:10.2341/12-307-L
- Perdigão, Jorge. New developments in dental adhesion. *Dent Clin North Am*. 2007; 51(2): 333–57, viii. doi:10.1016/j.cden.2007.01.001
- Perdigão, Jorge, Sezinando, A., & Monteiro, P. C. Laboratory bonding ability of a multi-purpose dentin adhesive. *Am J Dent*. 2012; 25(3): 153–8.
- Perdigão, Jorge, Swift, E. J., & Walter, R. *Fundamental Concepts of Enamel and Dentin Adhesion. Sturdevant's Art and Science of Operative Dentistry*. 6th ed. Mosby Elsevier; 2002. p.114–140.
- Plant, C., Jones, D., & Darvell, B. The heat evolved and temperatures attained during setting of restorative materials. *Br Dent J*. 1974; 137(6): 233-8.
- Poitevin, A., De Munck, J., Van Ende, A., Suyama, Y., Mine, A., Peumans, M., & Van Meerbeek, B. Bonding effectiveness of self-adhesive composites to dentin and enamel. *Dent Mater*. 2013; 29(2): 221–30. doi:10.1016/j.dental.2012.10.001
- Proença, J. P., Polido, M., Osorio, E., Erhardt, M. C. G., Aguilera, F. S., García-Godoy, F., Osorio, R., et al. Dentin regional bond strength of self-etch and total-etch

- adhesive systems. *Dent Mater.* 2007; 23(12): 1542–8. doi:10.1016/j.dental.2007.02.001
- Ralph Rawls, H., Teixeira, E. C., & Wang, Q. *Bonding and bonding agents. Phillips' science of dental materials*. 12th ed. Elsevier/Saunders; 2013.
- Silva E Souza, M. H., Carneiro, K. G. K., Lobato, M. F., Silva E Souza, P. D. A. R., & De Góes, M. F. Adhesive systems: important aspects related to their composition and clinical use. *J Appl Oral Sci.* 2010; 18(3): 207–214.
- Summitt, J., Robbins, J. W., Hilton, T., & Schwartz, R. *Fundamentals of Operative Dentistry: A Contemporary Approach*. Thirth ed. 2006. p.183 – 260.
- Tay, F. R., & Pashley, D. H. Aggressiveness of contemporary self-etching systems. I: Depth of penetration beyond dentin smear layers. *Dent Mater.* 2001; 17(4): 296–308.
- Tjäderhane, L., Nascimento, F. D., Breschi, L., Mazzoni, A., Tersariol, I. L. S., Geraldeli, S., Tezvergil-Mutluay, A., et al. Optimizing dentin bond durability: control of collagen degradation by matrix metalloproteinases and cysteine cathepsins. *Dent Mater.* 2013a; 29(1): 116–35. doi:10.1016/j.dental.2012.08.004
- Tjäderhane, L., Nascimento, F. D., Breschi, L., Mazzoni, A., Tersariol, I. L. S., Geraldeli, S., Tezvergil-Mutluay, A., et al. Strategies to prevent hydrolytic degradation of the hybrid layer-A review. *Dent Mater.* 2013b; 29(10): 999–1011. doi:10.1016/j.dental.2013.07.016
- Toledano, M., Osorio, R., Osorio, E., Aguilera, F. S., Yamauti, M., Pashley, D. H., & Tay, F. Durability of resin-dentin bonds: effects of direct/indirect exposure and storage media. *Dent Mater.* 2007; 23(7): 885–92. doi:10.1016/j.dental.2006.06.030
- Van Meerbeek, B., Yoshihara, K., Yoshida, Y., Mine, a, De Munck, J., & Van Landuyt, K. L. State of the art of self-etch adhesives. *Dent Mater.* 2011; 27(1): 17–28. doi:10.1016/j.dental.2010.10.023



- Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P, et al. Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Oper Dent*. 2003; 28(3): 215-35
- Zhang, K., Cheng, L., Imazato, S., Antonucci, J. M., Lin, N. J., Lin-Gibson, S., Bai, Y., et al. Effects of dual antibacterial agents MDPB and nano-silver in primer on microcosm biofilm, cytotoxicity and dentine bond properties. *J Dent*. 2013; 41(5): 464–74. doi:10.1016/j.jdent.2013.02.001



## **ANEXOS**

## ANEXO 1 - Aprovação da Comissão de Ética do ISCSEM



Ex.ma Senhora  
Catarina Alexandra Mendes Rocha


Monte de Caparica, 15 de Janeiro de 2013

Ex.ma Senhora,

Venho comunicar-lhe que o Pedido de Parecer que submeteu à apreciação da Comissão de Ética da Egas Moniz, com o tema "Avaliação *in vitro* da resistência adesiva à microtracção e caracterização morfológica com SEM de um novo sistema adesivo", foi aprovado por unanimidade.

Queira aceitar os melhores cumprimentos,

O Diretor do ISCSEM



Prof. Doutor Manuel Jorge de Queiroz Medeiros

c.c. – Prof. Doutor Mário Polido

Campus Universitário  
Quinta da Granja • Monte de Caparica • 2829-511 Caparica • Portugal  
Telef.: +351 21 294 67 00 • Fax: +351 21 294 67 68 • e-mail: [iscsem@egasmoniz.edu.pt](mailto:iscsem@egasmoniz.edu.pt)

## ANEXO 2 - Análise Estatística

**Quadro 1. Descriptive Statistics**

Dependent Variable:resistência

adesivo	tratamento	Mean	Std. Deviation	N
SBM	24h	26.9568	18.90249	53
	TermoC	28.3253	17.77394	59
	6M	18.8033	10.35769	47
	<b>Total</b>	<b>25.0545</b>	<b>16.78180</b>	<b>159</b>
SBU_ER	24h	28.0385	14.62977	51
	TermoC	27.4146	13.79598	56
	6M	14.3897	11.00044	43
	<b>Total</b>	<b>23.8929</b>	<b>14.58749</b>	<b>150</b>
SBU_SE	24h	24.1183	17.83450	52
	TermoC	33.3347	18.29653	58
	6M	15.4844	10.54395	44
	<b>Total</b>	<b>25.1226</b>	<b>17.73716</b>	<b>154</b>
Total	<b>24h</b>	<b>26.3643</b>	<b>17.21341</b>	<b>156</b>
	<b>TermoC</b>	<b>29.7100</b>	<b>16.88586</b>	<b>173</b>
	<b>6M</b>	<b>16.2972</b>	<b>10.71806</b>	<b>134</b>
	<b>Total</b>	<b>24.7008</b>	<b>16.41480</b>	<b>463</b>

**Quadro 2. Tests of Between-Subjects Effects**

Dependent Variable:resistência

Source	Type III Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.	Noncent. Parameter	Observed Power <sup>b</sup>
Corrected Model	16310.551 <sup>a</sup>	8	2038.819	8.557	.000	68.455	1.000
Intercept	265689.306	1	265689.306	1115.090	.000	1115.090	1.000
adesivo	162.088	2	81.044	.340	.712	.680	.104
<b>tratamento</b>	<b>14352.941</b>	<b>2</b>	<b>7176.470</b>	<b>30.119</b>	<b>.000</b>	<b>60.239</b>	<b>1.000</b>
adesivo *	1920.074	4	480.019	2.015	.091	8.058	.603
tratamento							
Error	108173.309	454	238.267				
Total	406974.130	463					
Corrected Total	124483.860	462					

a. R Squared = .131 (Adjusted R Squared = .116)

b. Computed using alpha = .05

